



PCT
 WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
 Internationales Büro
 INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
 INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

BEST AVAILABLE COPY

| | | |
|---|--|--|
| (51) Internationale Patentklassifikation ⁶ : A61K 7/48, 7/06, 7/16, C11D 3/00, 3/22 | A1 | (11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/01109 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 15. Januar 1998 (15.01.98) |
| (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP97/03581 (22) Internationales Anmeldedatum: 7. Juli 1997 (07.07.97) (30) Prioritätsdaten: 196 27 498.2 8. Juli 1996 (08.07.96) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): NATIONAL STARCH AND CHEMICAL INVESTMENT HOLDING CORPORATION [US/US]; 501 Silverside Road, Wilmington, DE 19809 (US). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): MÜLLER, Wilfried [DE/DE]; Am Tomberg 24, D-52531 Übach-Palenberg (DE). VATHJE, Rainer [DE/DE]; Am Vogelsberg 21, D-52223 Stolberg (DE). CARDINALI, Martin, Scott [US/US]; 1346 Mallard Drive, Martinsville, NJ 08836 (US). (74) Anwälte: HAGEMANN, Heinrich usw.; Hagemann, Braun & Held, Postfach 860 329, D-81630 München (DE). | (81) Bestimmungsstaaten: AU, BR, CA, JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i> | |
| (54) Title: STARCHY CLEANING AND COSMETIC CARE PREPARATIONS (54) Bezeichnung: STÄRKEHALTIGE REINIGUNGS- UND PFLEGEMITTEL (57) Abstract <p>The invention relates to a preparation for cleaning or providing cosmetic care for the skin, teeth or hair or for cleaning smooth surfaces. Said preparation has an aqueous phase which contains a pre-gelatinised, cross-linked starch selected from a C₂-C₅-hydroxyalkyl starch and a C₂-C₁₈-acyl starch. Hydroxypropyl di-starch phosphate or di-starch-C₄-C₁₈-alkane or alkene dioates are preferred. The starch acts (1) as a stability-improving agent, (2) as a viscosity regulator, (3) as a (co)-emulsifier, (4) as an agent for providing smooth skin and (5) as an agent for improving hair properties.</p> (57) Zusammenfassung <p>Beschrieben wird ein Mittel zur Reinigung oder Pflege von Haut, Zähnen oder Haar oder zur Reinigung von glatten Oberflächen, das eine wäßrige Phase aufweist, die eine vorverkleisterte vernetzte Stärke, ausgewählt aus einer C₂-C₅-Hydroxyalkylstärke und einer C₂-C₁₈-Acylstärke, enthält. Hydroxypropyldistärkephosphat oder Distärke-C₄-C₁₈-alkan- oder -alkendioate sind bevorzugt. Die Stärke wirkt 1) als Stabilitätsverbesserer, 2) als Viskositätsregulator, 3) als (Co)-Emulgator, 4) als Mittel zur Verbesserung des Hautgefühls und 5) als Mittel zur Verbesserung der Frisereigenschaften.</p> | | |

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

| | | | | | | | |
|----|------------------------------|----|--------------------------------------|----|--|----|-----------------------------------|
| AL | Albanien | ES | Spanien | LS | Lesotho | SI | Slowenien |
| AM | Armenien | FI | Finnland | LT | Litauen | SK | Slowakei |
| AT | Österreich | FR | Frankreich | LU | Luxemburg | SN | Senegal |
| AU | Australien | GA | Gabun | LV | Lettland | SZ | Swasiland |
| AZ | Aserbaidschan | GB | Vereinigtes Königreich | MC | Monaco | TD | Tschad |
| BA | Bosnien-Herzegowina | GE | Georgien | MD | Republik Moldau | TG | Togo |
| BB | Barbados | GH | Ghana | MG | Madagaskar | TJ | Tadschikistan |
| BE | Belgien | GN | Guinea | MK | Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien | TM | Turkmenistan |
| BF | Burkina Faso | GR | Griechenland | ML | Mali | TR | Türkei |
| BG | Bulgarien | HU | Ungarn | MN | Mongolei | TT | Trinidad und Tobago |
| BJ | Benin | IE | Irland | MR | Mauretanien | UA | Ukraine |
| BR | Brasilien | IL | Israel | MW | Malawi | UG | Uganda |
| BY | Belarus | IS | Island | MX | Mexiko | US | Vereinigte Staaten von Amerika |
| CA | Kanada | IT | Italien | NE | Niger | UZ | Usbekistan |
| CF | Zentralafrikanische Republik | JP | Japan | NL | Niederlande | VN | Vietnam |
| CG | Kongo | KE | Kenia | NO | Norwegen | YU | Jugoslawien |
| CH | Schweiz | KG | Kirgisistan | NZ | Neuseeland | ZW | Zimbabwe |
| CI | Côte d'Ivoire | KP | Demokratische Volksrepublik Korea | PL | Polen | | |
| CM | Kamerun | KR | Republik Korea | PT | Portugal | | |
| CN | China | KZ | Kasachstan | RO | Rumänien | | |
| CU | Kuba | LC | St. Lucia | RU | Russische Föderation | | |
| CZ | Tschechische Republik | LI | Liechtenstein | SD | Sudan | | |
| DE | Deutschland | LB | Sri Lanka | SE | Schweden | | |
| DK | Dänemark | LR | Liberia | SG | Singapur | | |
| EE | Estland | | | | | | |

5

Stärkehaltige Reinigungs- und Pflegemittel

Die vorliegende Erfindung betrifft Mittel zur Reinigung oder Pflege von Haut, Zähnen
10 oder Haar oder zur Reinigung von glatten Oberflächen. Die Erfindung betrifft demzu-
folge Mittel, die bei bestimmungsgemäßer Anwendung mit der menschlichen Haut in Be-
rührung kommen oder kommen können.

In Kosmetika sind feuchtigkeitsspendende Eigenschaften, taktile Eigenschaften, die ein
15 weiches Gefühl auf Haut und Lippen vermitteln, und eine glatte, leicht verstreichbare
Textur erstrebenswert. Die taktilen Eigenschaften werden in herkömmlichen kosme-
tischen Zusammensetzungen durch hydrophobe Bestandteile wie Wachse, Öle und Fette,
verliehen.

20 Verbesserte feuchtigkeitsspendende Eigenschaften werden erhalten, indem man der Zu-
sammensetzung hydrophile Bestandteile zufügt und eine stabile Wasser-in-Öl-Emulsion
bildet. Die im Stand der Technik bekannten emulsionsförmigen Zusammensetzungen
weisen verschiedene Nachteile, z.B. eine mangelnde Emulsionsstabilität und einen hohen
Preis der Bestandteile (z.B. Hyaluronsäure), insbesondere bei Creme-, Lotions- und Ge-
25 sichtsseifenzusammensetzungen, auf.

Es sind im Stand der Technik Kosmetika bekannt, die zur Überwindung dieser Nachteile
bestimmte Stärken enthalten.

30 Die US 5 279 313 beschreibt eine Haarbleichmittelzusammensetzung, die ein Persulfat
einer bestimmten Teilchengröße und alkalisch reagierende Salze enthält. Die Zusam-
mensetzung kann als wasserlösliches Verdickungsmittel Stärken enthalten. Als Beispiele
werden Maisstärke, Stärkeether, wie Carboxymethylstärke, Hydroxyethylstärke und

Ethylstärke, genannt. Die Erzeugnisse nach der US 5 279 313 zeigen keine ausreichende Viskosität, Lagerstabilität und Gebrauchseigenschaften.

Die JP 63-62535 beschreibt die Herstellung eines stabilisierenden Emulgators, zu dessen
5 Herstellung Lecithin und Polyglycerol in eine Lösung eines Stärkehydrolysats emulgiert werden und modifizierte Stärke und Xanthangummi zugesetzt werden. Die modifizierte Stärke ist beispielsweise Hydroxypropyldistärkephosphat, Hydroxypropylstärke oder Distärkephosphat. Der erhaltene Emulgator soll als Ersatz für Gummiarabicum geeignet sein. Als Einsatzgebiete werden Würzmittel, emulgierte Gewürze, Aromen, Backwaren,
10 Molkereiprodukte, Arzneimittel genannt. Die JP 63-62535 enthält keinen Hinweis auf einen möglichen Einsatz in kosmetischen oder Reinigungsmittelzusammensetzungen. Die in den Beispielen verwendeten Stärken sind Kochstärken.

Die US 4 059 458 betrifft Öl-in-Wasser-Emulsionen zur Verwendung in Nahrungsmitteln,
15 Arzneimitteln und Kosmetika, die einen Ester einer Stärke mit mindestens einer aliphatischen C₂-C₄-Carbonsäure enthält. Der Ester weist einen Substitutionsgrad von 0,05 bis 1,0 auf und kann gegebenenfalls modifiziert, oxidiert, vernetzt oder vorgelatinisiert sein. Die Stärkeester sind, insbesondere in Formulierungen mit saurem pH-Wert, nicht hydrolysestabil. Dies führt zu einem unerwünschten Viskositätsabfall, zu Phasentrennung und einem unangenehmen Geruch durch freie Carbonsäuren.
20

Die WO 92/06778 offenbart Zusammensetzungen, die einen C₁₂-C₂₂-Alkohol, ein Alkylpolyosid und gegebenenfalls Polyosid enthalten. Das Alkylpolyosid kann u.a. Glucose, Saccharose, Maltose, Lactose, Cellobiose, sowie Stärke umfassen. Die Zusammen-
25 setzungen sind zur Anwendung in Kosmetika und Arzneimitteln vorgesehen.

Die WO 93/04185 beschreibt die enzymatische stereospezifische Herstellung von alpha-Glucosiden aus Stärke, Maltodextrin oder Maltose. Die alpha-Glucoside können in Gegenwart einer Lipase mit einer Fettsäure weiter umgesetzt werden, wobei alpha-Glucosidester erhalten werden, die als Detergentien, oberflächenaktive Mittel und Emulgatoren
30 in kosmetischen oder pharmazeutischen Zusammensetzungen geeignet sind. Die Stärke

-3-

dient hier nur als Reservoir für Glucoseeinheiten und wird zu niedermolekularen Einheiten abgebaut.

Die DD 249 912 offenbart Stärkederivate, die durch Verethern einer Stärke mit einer halogenierten Fettsäure und anschließendes Erwärmen auf 80 bis 130°C hergestellt werden, wobei intermolekulare Esterbrücken gebildet werden. Die Stärkederivate sind als Emulsionsstabilisatoren in der pharmazeutischen, kosmetischen und Nahrungsmittelindustrie geeignet. Diese Produkte sind zum Aufbau einer erhöhten Viskosität nicht geeignet.

10

Die JP 56-147622 beschreibt eine Emulgatorzusammensetzung, die den Monoester einer Fettsäure mit einem dreiwertigen Alkohol sowie Galactomannan, Glucomannan und/oder Stärke enthält.

15 Die JP 55-127308 beschreibt schwach saure emulgierte Kosmetika, die ein ölartiges kosmetisches Material, kationische Cellulose oder kationische Stärke mit einem bestimmten N-Gehalt, Triethanolamin oder Triisopropanolamin, höhere Fettsäuren und Wasser enthalten.

20 Die bekannten stärkehaltigen Kosmetika bzw. Reinigungsmittel weisen zahlreiche Nachteile auf. Native Stärke ist ein in kaltem Wasser unlösliches Biopolymer. Bei der Verwendung nativer Stärke ist daher bei der Herstellung der Mittel zum Aufschluß der Stärke ein Erwärmen über einen längeren Zeitraum notwendig. Beim Einarbeiten der Stärke in Wasser bzw. eine wäßrige Grundlage kann es überdies zur Klumpenbildung kommen.

25 Neben diesen Nachteilen verfahrenstechnischer Art weisen die bekannten stärkehaltigen Produkte Nachteile bei der Anwendung auf und zeigen z.B. ein unangenehmes klebriges Gefühl auf der Haut oder ungelöste Partikel, die ein unangenehmes rauhes Gefühl vermitteln. Außerdem können Probleme bei der Lagerstabilität auftreten, die sich in einer Phasentrennung, Retrogradation der eingesetzten Stärke oder mangelnder Geruchsstabilität äußern können.

30

- 4 -

Der Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, Mittel auf Stärkebasis bereitzustellen, die die geschilderten Nachteile nicht aufweisen.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch ein Mittel zur Reinigung oder Pflege von
5 Haut, Zähnen oder Haar oder zur Reinigung von glatten Oberflächen gelöst, das eine wäßrige Phase aufweist, die eine vorverkleisterte vernetzte Stärke, ausgewählt aus einer C₂-C₃-Hydroxyalkylstärke und einer C₂-C₁₈-Acylstärke, enthält.

Die erfindungsgemäß zu verwendende Stärke muß vernetzt sein. Eine Vernetzung der
10 Stärkekettens läßt sich durch geeignete Vernetzungsmittel, d.h. bifunktionelle Verbindungen, erreichen. Eine bevorzugte Vernetzungsart ist die Phosphorylierung, bei der Stärke mit Phosphoroxychlorid, Phosphorpentoxid und/oder Natriumtrimetaphosphat umgesetzt wird. Hierbei werden zwei Stärkekettens durch eine anionische P-O-Gruppe vernetzt. Der anionische Charakter der Vernetzungsstellen unterstützt die emulsionsstabi-
15 lisierende Wirkung der erfindungsgemäß zu verwendenden Stärke. Eine weitere bevorzugte Vernetzungsart ist die Vernetzung mittels C₄-C₁₈-Alkan- oder -Alkandicarbonsäuren, vorzugsweise C₄-C₈-Alkandicarbonsäuren, insbesondere Adipinsäure. Die Alkan- oder Alkandicarbonsäure verknüpft zwei Stärkekettens über Esterbindungen. Sie kann geradkettig oder verzweigt sein. Diese Derivate werden z.B. durch Umsetzung von Stärke
20 mit den gemischten Anhydriden von Dicarbonsäure und Essigsäure erhalten. Bezogen auf Trockenstärke werden im allgemeinen weniger als 0,1 Gew.-%, üblicherweise etwa 0,6 Gew.-% Vernetzungsmittel verwendet.

Die Art der Modifizierung der erfindungsgemäß zu verwendenden Stärke ist kritisch. In
25 einer Variante ist die Stärke eine C₂-C₃-Hydroxyalkylstärke. Es wird angenommen, daß die Ausbildung einer Hydroxylgruppe, die über eine Alkylgruppe mit 2 bis 5 Kohlenstoffatomen an das Stärkegerüst gebunden ist, ein geeignetes hydrophil-lipophiles Verhalten der Stärke bedingt. Die Stellung der Hydroxylgruppe in der Alkylgruppe ist nicht kritisch, diese kann in α - bis ω -Stellung sitzen. Der Substitutionsgrad der
30 Hydroxyalkylierung beträgt vorzugsweise etwa 0,08 bis 0,3. Der Substitutionsgrad ist die Zahl der pro Anhydroglucoseeinheit durchschnittlichen Zahl an substituierten OH-

-5-

Gruppen der Stärkemoleküle. Die Hydroxyalkylierung einer nativen Stärke kann durch Umsetzen einer nativen Stärke mit Alkenoxiden der geeigneten Kohlenstoffzahl erreicht werden. Besonders bevorzugt sind hydroxyethylierte und/oder hydroxypropylierte Stärken, die durch Umsetzung von Stärken mit Ethylenoxid bzw. Propylenoxid erhalten werden. Eine erfindungsgemäß zu verwendende Stärke kann pro Alkylgruppe auch mehr als eine Hydroxylgruppe enthalten.

In einer anderen Variante ist die Stärke eine C₂-C₁₈-Acylstärke. Dieser Fall liegt regelmäßig vor, wenn die oben erläuterte erfindungswesentliche Vernetzung über C₄-C₁₈-Dicarbonsäuren bewirkt wurde. Ein hierdurch erhaltenes Distärke-C₄-C₁₈-alkan- oder -alkenoat kann im Hinblick auf ein geeignetes hydrophil-lipophiles Verhalten mit einem Substitutionsgrad von 0 bis 0,8, insbesondere 0 bis 0,5 zusätzlich acyliert sein. Die Acylierung erfolgt allgemein insbesondere durch Umsetzung mit Säureanhydriden der allgemeinen Formel (R-C(O))₂O, wobei R eine Alkylgruppe, wie Methyl oder Ethyl ist, mit Bernsteinsäure- oder Maleinsäureanhydrid oder deren alkylierten Derivaten.

Ein besonders bevorzugtes Stärkederivat für die Zwecke der Erfindung ist ein Hydroxypropyldistärkephosphat sowie acetyliertes Distärkeadipat.

Das Stärkeausgangsmaterial kann einer beliebigen Pflanzenquelle entstammen, es ist allerdings bevorzugt, daß die Stärke einen Amylopektiningehalt von mindestens etwa 70 Gew.-%, vorzugsweise etwa 85 Gew.-%, insbesondere etwa 90 Gew.-% aufweist. Bevorzugte Stärken stammen aus Wachsmais.

Ein entscheidendes Merkmal der Erfindung besteht darin, daß das erfindungsgemäß zu verwendende Stärkederivat vorverkleistert ist. Neben dem Begriff "vorverkleisterte Stärke" sind im Stand der Technik auch die Begriffe "vorgelatinierte Stärke" und "kaltquellende Stärke" gebräuchlich. Die Bezeichnung "vorverkleisterte" oder "gelatinierte" Stärke bezieht sich auf gequollene Stärkepartikel, die ihre Doppelbrechungskreuze in polarisiertem Licht verloren haben. Vorverkleisterte Stärken bzw. Stärkederivate sind ohne Kochen bereits in kaltem Wasser löslich. "Löslich" bedeutet in diesem Zusammenhang

- 6 -

nicht notwendig die Bildung einer echten molekularen Lösung, vielmehr wird meistens eine kolloidale Dispersion erhalten. Das erfindungsgemäß zu verwendende Stärkederivat ist vorzugsweise vollständig vorverkleistert.

- 5 Die üblicherweise zur Herstellung derartiger Stärken angewendeten Verfahren sind u.a. Trommeltrocknung, Extrusion und Sprühtrocknung.

Die Trommeltrocknung umfaßt das gleichzeitige Kochen und Trocknen einer sehr hochviskosen, halbfesten Stärkepaste auf erhitzten Trommeln. Die getrockneten Filme
10 werden von der Trommel mit einem Metallmesser abgestreift und dann gemahlen. Dieses Verfahren kann bis zu einem sehr hohen Feststoffgehalt durchgeführt werden.

Man kann auch die Extrusion zum gleichzeitigen Kochen und Trocknen von Stärken einsetzen (vgl. die US 3 137 592). Diese Methode bedient sich der physikalischen Bearbeitung einer Stärke/Wasser-Mischung bei erhöhten Temperaturen und Drucken, was die
15 Gelatinierung der Stärke bewirkt, gefolgt von der Expansion nach Austritt aus der Düse unter schlagartiger Verdampfung des Wassers.

Die Verwendung eines vorverkleisterten Stärkederivates gestattet die Herstellung des erfindungsgemäßen Mittels bei Raumtemperatur, bzw. bei einer Temperatur, die gegenüber den Herstellungsbedingungen bekannter stärkehaltiger Zusammensetzungen erheblich tiefer liegt. Man hat überraschenderweise gefunden, daß mit einer Kochstärke (d.h. nicht vorverkleisterten Stärke), die in gleicher Weise wie eine erfindungsgemäß zu verwendende Stärke modifiziert ist, nicht die gewünschten Vorteile hinsichtlich Rheologie,
25 Hautgefühl und Emulsionsstabilität erhalten werden, selbst wenn die wäßrige Phase nach Zugabe der Kochstärke 15 Minuten lang auf eine Temperatur oberhalb der Gelatinierungstemperatur der Kochstärke erhitzt wird.

Vorzugsweise ist das vorverkleisterte Stärkederivat durch Sprühtrocknung hergestellt.
30 Bei anderen Trocknungsverfahren, z.B. der Trommeltrocknung, kann es zur Bildung von Stärkekrusten kommen, die eine schlechtere Löslichkeit aufweisen. Dies führt zu unge-

-7-

lösten Partikeln im erfindungsgemäßen Mittel, die unangenehmes sandiges Gefühl auf der Haut hervorrufen können.

Vorzugsweise enthält das erfindungsgemäß zu verwendende Stärkederivat weitgehend intakte Stärkekörner. Es hat sich gezeigt, daß die wäßrigen Dispersionen vorverkleisterter Stärkederivate mit weitgehend intakter Kornstruktur eine gleichmäßigere glatte Textur aufweisen als wäßrige Dispersionen von Stärken ohne Kornstruktur, die z.B. durch Trocknung von Stärkelösungen erhalten werden und deren Dispersionen sich leicht griebig anfühlen. Bei vorverkleisteten Stärken mit intakter Kornstruktur ist die native Bin-
10 nenstruktur von Wasserstoffbrückenbindungen zerstört, die äußere Form bleibt jedoch erhalten.

Ein Verfahren zur Herstellung besonders geeigneter sprühgetrockneter vorverkleisteter Stärken bzw. Stärkederivate wird in der US 4 280 851 beschrieben. Eine zur
15 Durchführung des Verfahrens geeignete Vorrichtung wird in der US 4 600 472 beschrieben. Bei diesem Verfahren wird eine Mischung der (des) granularen Stärke(derivates) im zerstäubten Zustand gekocht oder gelatinisiert. Die zu kochende Stärke wird durch eine Zerstäubungsöffnung in eine Düsenanordnung gespritzt, um ein relativ fein zerteiltes Sprühgut zu bilden. Ausserdem wird ein Heizmedium durch eine
20 Öffnung in der Düsenanordnung in das Sprühgut eingespritzt, um so die Stärke auf eine zur Gelatinierung erforderliche Temperatur zu erhitzen. Eine geschlossene Kammer umgibt die Einspritzöffnungen für das Zerstäubungs- und Heizmedium und definiert eine Entlüftungsöffnung, die so angeordnet ist, daß das erhitzte Stärkesprühgut die Kammer verlassen kann. Die Anordnung ist so geschaffen, daß die während der Passage des
25 Stärkesprühgutes durch die Kammer, d.h. von der Zerstäubungsöffnung bis zur Entlüftungsöffnung, verstrichene Zeit die Gelatinierungszeit der Stärke definiert. Die resultierende sprühgetrocknete, vorgelatinisierte Stärke umfaßt gleichmäßig gelatinisierte Stärkekörner in Form eingedellter Kügelchen, wobei ein Hauptanteil der Körnchen ganz und unzerbrochen ist und nach Hydratation quillt. Düsen, die zur Herstellung dieser
30 Stärken verwendbar sind, werden auch in der US 4 610 760 beschrieben.

Zur Herstellung geeigneter vorverkleisterter Stärken bzw. -derivate ist auch das Verfahren der US 5 149 799 geeignet. Bei diesem Verfahren wird Stärke mittels eines einzigen Zerstäubungsschrittes in Gegenwart eines wäßrigen Mediums gleichzeitig zerstäubt und gekocht. Der Zerstäubungsschritt wird in einer Vorrichtung durchgeführt, die eine
5 Zweistoff-Sprühtrocknungsdüse mit Innenmischung aufweist, welche an eine Vorrichtung zum Trocknen der gekochten zerstäubten Stärke gekoppelt ist.

Sprühgetrocknete, vorgelatinierte Stärken bzw. -derivate mit geeigneten Eigenschaften können auch durch ein kontinuierliches gekoppeltes Dampfstrahlkoch- und Sprühtrocknungsverfahren hergestellt werden. Eine Stärkeaufschlammung wird bei 138° bis 160°C
10 in einem Jet-Cooker unter direktem Wasserdampfeintrag gelatiniert. Die Ströme von Stärkeaufschlammung und Wasserdampf werden in einer Kochkammer gemischt. Der Auslaß der Kochkammer ist an eine pneumatische Sprühdüse oder eine Hochdruck-Düse angeschlossen, die sich in einem üblichen Sprühtrockner befindet. Die strahlgekochte
15 Stärke wird noch bei erhöhter Temperatur und unter erhöhtem Druck in die Sprühdüse gerichtet und kann mit Kaltluft, Heißluft oder vorzugsweise Wasserdampf zerstäubt werden. Nach dem Zerstäuben der heißen, strahlgekochten Stärkelösung wird diese in der gleichen Weise wie übliche sprühgetrocknete Stärken gehandhabt. Das Trocknungsverfahren ist ausreichend schnell, eine Retrogradation der Stärkemoleküle zu verhindern,
20 während die Tröpfchen abkühlen und trocknen. Die sprühgetrocknete Stärke ist ein amorpher Feststoff (d.h. er ist im wesentlichen nicht kristallin) und leicht in Wasser löslich bzw. kolloidal dispergierbar.

Das erfindungsgemäße Mittel kann in beliebiger Form, z.B. als Lösung, Emulsion,
25 Suspension oder Gel oder Schaum, vorliegen. Es kann aber auch als trockene pulverförmige Zusammensetzung vorliegen, die bei der Anwendung in einem wäßrigen Medium aufgenommen wird. Das Mittel weist im allgemeinen vorzugsweise etwa 5 bis 98 Gew.-%, insbesondere etwa 50 bis 90 Gew.-% wäßrige Phase auf. Die wäßrige Phase enthält vorzugsweise etwa 0,1 bis 20 Gew.-%, insbesondere 0,3 bis 12 Gew.-%
30 und besonders bevorzugt etwa 0,5 bis 7 Gew.-% Stärkederivat mit den oben angegebenen Merkmalen. Das erfindungsgemäß zu verwendende Stärkederivat kann in

-9-

Verbindung mit anderen Stärken, wie nativen Stärken, modifizierten Stärken usw. eingesetzt werden.

Das erfindungsgemäß zu verwendende Stärkederivat erfüllt im erfindungsgemäßen Mittel
5 verschiedene Funktionen. Sie wirkt 1) als Stabilitätsverbesserer, 2) als Viskositätsregulator, 3) als (Co)-Emulgator, 4) als Mittel zur Verbesserung des Hautgefühls und 5) als Mittel zur Verbesserung der Frisiereigenschaften.

Wäßrige Dispersionen derartiger Stärkederivate sind durch eine Vielfalt fettähnlicher
10 Texturen gekennzeichnet, die von ölig über cremig bis wachsartig reichen. Diese Stärkederivate können so ausgewählt werden, daß in wäßrigen Dispersionen Stärkegele hoher Festigkeit oder wärmereversible Stärkegele erhalten werden. Ein wärmereversibles Stärkegel ist ein solches, das beim Erhitzen schmilzt und sich nach dem Abkühlen erneut bildet. Aus unmodifizierten Stärken hergestellte Gele sind nicht wärmereversibel. Mit den
15 erfindungsgemäß zu verwendenden Stärken können daher Öl oder Fett ganz oder teilweise ersetzt werden und beispielsweise ölfreie Lotionen formuliert werden, die den Eigenschaften von Öl-in-Wasser-Emulsionen weitgehend ähneln.

Die erfindungsgemäß zu verwendenden Stärkederivate weisen Anwendungseigenschaften
20 auf, die vom dermatologischen Standpunkt her wünschenswert sind. So erhöhen sie das Wasserrückhaltevermögen der Haut und machen die Haut glatt und geschmeidig. Pflegeprodukte, die die erfindungsgemäß zu verwendenden Stärkederivate enthalten, lassen sich ausgezeichnet auf der Haut verstreichen und hinterlassen kein klebriges Gefühl.

25 Die erfindungsgemäß zu verwendenden Stärkederivate weisen einen stabilisierenden und ölbindenden Effekt auf. Sie verhindern ein Absetzen fester Bestandteile sowie die Phasentrennung flüssiger Bestandteile. Die haben außerdem einen viskositätserhöhenden Effekt und verleihen dem erfindungsgemäßen Mittel einen ansprechenden Glanz. Die erfindungsgemäß zu verwendenden Stärkederivate weisen daneben eine gewisse Schutzkolloidwirkung auf und verhindern somit das Zusammenfließen emulgierter Tröpfchen einer
30 hydrophoben Phase. Aufgrund dieser Wirkung als (Co)-Emulgator kann die Menge ober-

- 10 -

flächenaktiver Emulgatoren bei erfindungsgemäßen Pflegemitteln im Vergleich zu herkömmlichen Pflegemitteln herabgesetzt werden. Im Einzelfall kann auf oberflächenaktive Emulgatoren ganz verzichtet werden. Dies bietet gegenüber anderen Produkten Vorteile bei Kosmetika, für die "natürliche" und "hyperallergene" Eigenschaften herausgestellt werden. Die erfindungsgemäß zu verwendenden Stärkederivate weisen außerdem substantive Eigenschaften auf, d.h. sie können z.B. auf das menschliche Haar aufziehen und dieses leichter kämmbar und geschmeidiger machen.

Die ölbindenden Eigenschaften der erfindungsgemäß zu verwendenden Stärkederivate führen zu einem verbesserten Transport öllöslicher Wirkstoffe erfindungsgemäßer Pflegemittel auf die Hautoberfläche.

In einer bevorzugten Ausführungsform enthält das erfindungsgemäße Mittel mindestens etwa 0,3, vorzugsweise etwa 7 bis 25, in Einzelfällen bis zu 70 Gew.-% oberflächenaktive Substanzen. Diese Mittel sind insbesondere Mittel, bei denen eine Reinigungswirkung im Vordergrund steht, z.B. ein Shampoo, Duschgel, Schaumbad, eine flüssige Seife bzw. ein Handgeschirrspülmittel, oder ein Haarnachbehandlungsmittel. Diese Mittel werden im folgenden kollektiv als WAS/Stärke-Kombinationen bezeichnet (WAS = waschaktive Substanzen).

Die grenzflächenaktiven Substanzen sind vorzugsweise anionische, amphotere und/oder nichtionische Tenside. Als anionische Tenside können die Alkalimetallsalze von Alkylsulfonaten oder -sulfaten mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette genannt werden. Die Natrium-, Ammonium-, Kalium- oder Triethanolammoniumalkylsulfate sind bevorzugt, insbesondere diejenigen, die durch Sulfatierung höherer Alkohole (8 bis 18 Kohlenstoffatome) erhalten sind, ferner Natriumsalze von Kokosnußölfettsäuremonoglyceridsulfaten oder -sulfonaten, Natrium- oder Kaliumsalze von Schwefelsäureestern der Addukte von 1 bis 12 Mol Ethylenoxid an höhere Fettalkohole (z.B. Talk- oder Kokosnußölkohole), Natrium- oder Kaliumsalze von Alkylphenol-Ethylenoxid-Ethersulfaten mit 1 bis 10 Ethylenoxideinheiten pro Molekül, in denen die Alkylreste 8 bis 12 Kohlenstoffatome enthalten, Natriumalkylglycerylethersulfonate, Reaktionsprodukte von

- 11 -

C₁₀-C₂₂-Fettsäuren, verestert mit Isethionsäure, Natriumsalz, wasserlösliche Salze von Kondensationsprodukten von Fettsäuren mit Sarcosin. Weitere anionische Tenside sind Sulfoacetate und Sulfosuccinate.

- 5 Als zwitterionische Tenside können diejenigen genannt werden, die als Derivate von aliphatischen quaternären Ammonium-, Phosphonium- und Sulfoniumverbindungen beschrieben werden können, bei denen die aliphatischen Reste geradkettig oder verzweigt sein können und einer der aliphatischen Substituenten 8 bis 18 Kohlenstoffatome enthält und eine anionische Gruppe, z.B. eine Carboxy-, Sulfonat-, Sulfat-, Phosphat- oder
- 10 Phosphonatgruppe, enthält. Beispiele hierfür sind 4-[N,N-Di(2-hydroxyethyl)-N-octadecylammonio]-butan-1-carboxylat, 5-[S-3-Hydroxypropyl-S-hexadecylsulfonio]-3-hydroxypentan-1-sulfat, 3-[P,P-Diethyl-P-3,6,9-trioxatetradioxyphosphonio]-2-hydroxypropan-1-phosphat, 3-[N,N-Dipropyl-N-3-dodecoxy-2-hydroxypropylammonio]-propan-1-phosphonat, 3-(N,N-Dimethyl-N-hexadecylammonio)-propan-1-sulfonat, 3-(N,N-Dimethyl-N-hexadecylammonio)-2-hydroxypropan-1-sulfonat, 4-[N,N-Di(2-hydroxyethyl)-N-
- 15 (2-hydroxydodecyl)-ammonio]-butan-1-carboxylat, 3-[S-Ethyl-S-(3-dodecoxy-2-hydroxypropyl)-sulfonio]-propan-1-phosphat, 3-[P,P-Dimethyl-P-dodecylphosphonio]-propan-1-phosphonat und 5-[N,N-Di(3-hydroxypropyl)-N-hexadecylammonio]-2-hydroxypentan-1-sulfat. Betaine sind für die vorliegende Erfindung ebenfalls geeignet. Geeignete Betaine sind u.a. die höheren Alkylbetaine, z.B. Kokosdimethylcarboxymethylbetain, Lau-
- 20 ryldimethylcarboxymethylbetain, Lauryldimethylalphacarboxyethylbetain, Cetyldimethylcarboxymethylbetain, Lauryl-bis(2-hydroxyethyl)-carboxymethylbetain, Stearyl-bis(2-hydroxypropyl)-carboxymethylbetain, Oleyldimethyl-gamma-carboxypropylbetain, Lauryl-bis(2-hydroxypropyl)-alpha-carboxyethylbetain usw., Sulfobetaine, wie Kokosdi-
- 25 methylsulfopropylbetain, Stearyldimethylsulfopropylbetain, Lauryldimethylsulfoethylbetain, Lauryl-bis(2-hydroxyethyl)-sulfopropylbetain und dergleichen. Amidobetaine und Amidosulfobetaine, bei denen ein RCONH(CH₂)_n-Rest an das Stickstoffatom des Betains geknüpft ist, sind ebenfalls geeignet.
- 30 Nichtionische Tenside, die vorzugsweise in Kombination mit einem anionischen oder amphoteren Tensid verwendet werden, können grob als Verbindungen definiert werden,

-12-

die durch Kondensation eines Alkylenoxids an eine hydrophobe organische Verbindung hergestellt werden. Beispiele bevorzugter Klassen nichtionischer Tenside sind Polyethylenoxidkondensate von Alkylphenolen, z.B. die Kondensationsprodukte von Alkylphenolen mit 6 bis 12 Kohlenstoffatomen in der Alkylgruppe mit 10 bis 60 Mol Ethylenoxid, 5 Kondensationsprodukte von Ethylenoxid mit Propylenoxid-Ethylendiamin-Umsetzungsprodukten, Kondensationsprodukte von aliphatischen Alkoholen mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen mit Ethylenoxid, langkettige tertiäre Aminoxide, langkettige tertiäre Phosphinoxide, langkettige Dialkylsulfoxide. Der Begriff "langkettig" bedeutet, daß im Molekül mindestens eine lange hydrophobe Kette vorliegt, die einen Alkyl-, Alkenyl-, Hydroxyalkyl- oder Ketoalkylrest mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen enthält. Weitere Beispiele 10 für nichtionische Tenside sind Alkyl- und Alkenyloligoglycoside, wie C12/C14-Kokosalkyloligoglucosid.

Für Haarpflegemittel und Haarkonditionierungsmittel werden üblicherweise kationische 15 Verbindungen, vorzugsweise quaternäre Ammoniumverbindungen, wie Cetyltrimethylammoniumchlorid, oder diquaternäre Polydimethylsiloxane, verwendet. Das erfindungsgemäß einzusetzende Stärkederivat weist den Vorteil auf, daß es mit den kationischen Verbindungen kompatibel ist, d.h. auch in Gegenwart der kationischen Verbindung dispergiert bleibt und seine Viskosität bewahrt.

20 Das Mittel weist vorzugsweise einen pH-Wert zwischen etwa 2,5 und 12, insbesondere zwischen etwa 4 und 9, auf. Ein gewünschter pH-Wert wird durch Zusatz geeigneter pH-Regulatoren, wie Citronensäure, Milchsäure, Phosphorsäure, Salzsäure, Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid oder Triethanolamin erreicht. Bei Einsatz von Stärkeestern ist 25 ein stark saurer pH-Wert möglichst zu vermeiden, da sonst eine Hydrolyse der Esterbindungen erfolgt.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform enthält das erfindungsgemäße Mittel mindestens etwa 1 Gew.-%, insbesondere etwa 5 bis 25 Gew.-%, in Einzelfällen bis zu 30 etwa 70 Gew.-%, hydrophobe Phase. Die hydrophobe Phase ist vorzugsweise fein dispergiert. Die hydrophobe Phase kann der hydrophoben Phase herkömmlicher Kosmetika

-13-

auf Öl-in-Wasser-Basis entsprechen und enthält beispielsweise flüssige oder feste Fettsäuretriglyceride, Kohlenwasserstoffe, Alkylether, Alkylethoxylate, Alkylpropoxylate, Alkylbutoxylate, Fettsäuremono- oder -diester, Silikone und/oder langkettige Alkohole. Diese Mittel werden im folgenden kollektiv als Mittel vom Emulsionstyp bezeichnet.

5

Um die hydrophobe Phase in feiner Dispersion zu halten, enthalten die erfindungsgemäßen Mittel vom Emulsionstyp vorzugsweise einen oder mehrere zusätzliche Emulgatoren, insbesondere einen Teilester eines mehrwertigen Alkohols, ein Ethyoxylat, Propoxylat und/oder Butoxylat eines HLB-Wertes von etwa 4 bis 16 und/oder ionische Emul-
10 gatoren, wie Citrate oder Tartrate von Monoglyceriden. Geeignet sind auch Kombinationen von Glycerin-mono- oder -distearat mit Fettalkoholsulfaten oder Alkalisalzen von Fruchtsäureestern der Glycerin-mono- oder -difettsäureester. Der Emulgator liegt vorzugsweise in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-%, insbesondere etwa 0,5 bis 5 Gew.-% vor. Das erfindungsgemäße Mittel kann in dieser Ausführungsform als Creme, Lotion
15 oder Milch vorliegen. Je nach der Beschaffenheit und Menge der wäßrigen bzw. hydrophoben Phase können in den Mitteln vom Emulsionstyp verschiedenartige Typen von Emulsionen vorliegen, z.B. binäre Öl-in-Wasser- oder Wasser-in-Öl-Systeme oder multiple Systeme, wie Wasser-in-Öl-in-Wasser- oder Öl-in-Wasser-in-Öl-Systeme.

20 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform liegt das erfindungsgemäße Mittel als hochviskoses Gel vor. Das erfindungsgemäße Gel enthält vorzugsweise einen oder mehrere ein- oder mehrwertige Alkohole. Hierbei sind insbesondere Glycerin und/oder Ethanol geeignet. Der Alkohol liegt im erfindungsgemäßen Gel vorzugsweise in einer Menge von etwa 5 bis 25 Gew.-% vor. Eine Menge von 25 Gew.-% sollte nicht überschritten werden, da sonst eine Ausfällung der Stärke erfolgen kann. Das Gel kann Mit-
25 tel enthalten, die auf der Haut eine erfrischende und abkühlende Wirkung verleihen, wie z.B. Menthol oder Menthylactat.

Eine weitere bevorzugte Ausführungsform der Erfindung ist ein Haarfärbe- oder Haarbleichmittel. Diese Mittel sind durch einen Gehalt an Farbmittel bzw. Oxidationsmittel
30 gekennzeichnet. Als Oxidationsmittel sind im allgemeinen Perverbindungen, wie

Peroxide, z.B. Wasserstoffperoxid, oder Persulfate geeignet. Das Haarfarbe- bzw. -bleichmittel kann als Einkomponentenmittel oder vorzugsweise als Zweikomponentenmittel vorliegen. Die zwei Komponenten des Mittels werden vom Anwender vor der Anwendung vereinigt und auf das Haar aufgetragen. Wenn das Mittel als zwei
5 Komponenten vorliegt, ist es bevorzugt, daß eine Komponente pulverförmig und die andere Komponente flüssig ist. Die pulverförmige Komponente enthält das erfindungsgemäß zu verwendende Stärkederivat, die flüssige Komponente enthält eine wäßrige Phase. Haarfarbe- bzw. Haarbleichmittel weisen im allgemeinen einen hohen pH-Wert auf. Überraschenderweise sind die erfindungsgemäß zu verwendenden
10 Stärkederivate auch bei den erhöhten pH-Werten dieser Produkte stabil. Die durch das erfindungsgemäß zu verwendende Stärkederivat hervorgerufene Viskositätserhöhung bewirkt, daß das Produkt während der Anwendung im Haar verbleibt und eine gewünschte Einwirkdauer erreicht wird. Die erfindungsgemäß zu verwendende Stärke läßt sich leicht und klumpenfrei im wäßrigen Medium dispergieren.
15 Herkömmlicherweise in Haarbehandlungsmitteln eingesetzte Polysaccharidverdickungsmittel, wie Hydroxyethylcellulose und Xanthangummi sind üblicherweise schwierig zu dispergieren, da sie leicht klumpen und Fischaugen bilden.

Für sämtliche Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung gilt, daß das erfindungsgemäße Mittel je nach Anwendungszweck Zusatzstoffe in Form von Konservierungsmitteln,
20 Duftstoffen, Aromastoffen, Lichtschutzmitteln, Antioxidantien, Vitaminen, pharmazeutischen Wirkstoffen, Füllstoffen, Sequestriermitteln, Färbemitteln, Bräunungsmitteln, zusätzlichen Verdickungsmitteln, anorganischen Salzen, pH-Regulatoren und/oder Perlglanzmitteln enthalten kann.

25

Das erfindungsgemäße Mittel weist zahlreiche Vorteile auf. So handelt es sich bei den Stärkerohstoffen um einen nachwachsenden Rohstoff, was dem Konsumverhalten einer steigenden Zahl von Verbrauchern entgegenkommt. Die Stärkerohstoffe werden bereits seit langem in Lebensmitteln eingesetzt und können als unbedenklich gelten. Im Ver-
30 gleich zu herkömmlicherweise eingesetzten Carbomeren enthalten sie keine toxischen

-15-

Monomere und keine Lösungsmittel. Sie enthalten außerdem keine Pestizide, die z.B. in Pflanzengummis enthalten sein können.

Die Erfindung wird nun durch die folgenden Beispiele näher veranschaulicht. Die pH-Werte wurden elektrometrisch im unverdünnten Produkt gemessen. Die Viskositätswerte wurden mit einem Viskositätsmeßgerät der Firma Haake Typ RV 20-Rotovisko mit den bei den Beispielen erwähnten Meßeinrichtungen nach einer Minute Scherzeit gemäß DIN 53019 gemessen. Die Ansätze wurden im 1 kg-Maßstab mit einem Flügelrührer gefertigt. Die Homogenisation erfolgte mit einem Homogenisiergerät Typ S 100 SL 90 der Firma Fema AG bei Stufe 8 und einer Durchlaufzeit von 100 ml/min.

In den Beispielen werden folgende Bezeichnungen und Handelsnamen verwendet.

| Handelsname | Hersteller | INCI Name |
|-------------------|------------------------|---|
| Dehyquart A | Henkel KGaA | Cetrimonium Chloride |
| Jaguar C-162 | Rhone-Poulenc | Hydroxypropyl Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride |
| Lanette 14 | Henkel KGaA | Myristyl Alcohol |
| Tegopearl N 100 | TH.Goldschmidt AG | Glycol Distearate, Steareth-4 |
| Texapon N 70 | Henkel KGaA | Sodium Laureth Sulfate |
| Plantaren 1200 | Henkel KGaA | Lauryl Glucoside |
| Tego Betain F | TH.Goldschmidt AG | Cocamidopropyl Betaine |
| Elfan NS 242 A | Akzo Nobel | Sodium Laureth Sulfate |
| Tego Betain F 50 | TH.Goldschmidt AG | Cocamidopropyl Betaine |
| Axol C62 | TH.Goldschmidt AG | Glyceryl Stearate Citrate |
| Nipagin | Nipa Laboratorien GmbH | Methylparaben |
| Nipasol | Nipa Laboratorien GmbH | Propylparaben |
| Prisorine 3700 | Unichema International | Polyglyceryl-3 Diisostearate |
| Tegin 90 | TH.Goldschmidt AG | Glyceryl Stearate |
| Miglyol 812 | Hüls AG | Caprylic/Capric Triglyceride |
| Sucro-Ester WE 15 | Gattefosse GmbH | Sucrose Palmitate |
| Cetiol 868 | Henkel KGaA | Octyl Stearate |

-16-

| | | |
|------------------------------|-----------------------------|--|
| Phenonip | Nipa Laboratorien GmbH | Phenoxyethanol, Methylparaben, Butylparaben, Ethylparaben, Propylparaben |
| Parsol MCX | Givaudan-Roure | Octyl Methoxycinnamate |
| Uvinul MS 40 | BASF | Benzophenone-4 |
| Natrium- Hyaluronat | ROVI GmbH | Sodium Hyaluronate |
| Vitamin A-Palmitat | BASF AG | Retinyl Palmitate |
| Vitamin E Acetat | BASF AG | Tocopheryl Acetate |
| Ronoxan A | Hoffmann La Roche AG | Ascorbylpalmitat, D.L- alpha -Tocopherol, Lecithin (deutsche Bezeichnungen) |
| Tego Care 215 | TH.Goldschmidt AG | Cetareth-15, Glyceryl Stearate |
| Tego Care 450 | TH.Goldschmidt AG | Polyglyceryl-3 Methylglucose Distearate |
| Protegin | TH.Goldschmidt AG | Mineral Oil, Perolatum, Ozokerite, Glyceryl Oleate, Lanolin Alcohol |
| Neo PCL W/O E 2/066255 | Dragoco Gerberding & Co.AG | Cetearyl Octanoate, Ceresin, Lanolin, Sorbitan Sesquioleate, Stearyl Heptanoate, Paraffinium liquidum, Trihydroxystearin, BHT |
| Hydroviton Feuchthaltefaktor | Dragoco Gerberding & Co.AG | Aqua, Sodium Lactate, Lactic Acid, Glycerin, Serine, Sorbitol, TEA Lactate, Triethanolamine, Urea; Sodium Chloride, Lauryl Diethylenediaminoglycerine, Allantoin, Lauryl Aminopropylglycerine, Alcohol Ammonium Lauryl Sulfate |
| Texapon ALS | Henkel KGaA | |
| Rewopol SBFA | Witco Surfactants GmbH | Disodium Laurethsulfosuccinate |
| Euxyl K400 | Schülke&Mayr | Methyldibromo Glutaronitril, Phenoxyethanol |
| Sident 12DS | Degussa | Silica |
| Texapon K1296 Pulver | Henkel KGaA | Sodium Lauryl Sulfate |
| Saccharin Na | Bayer AG | Sodium Saccharin |
| Cutina FS 45 | Henkel KGaA | Palmitic Acid, Stearic Acid |
| Luviskol K30 | BASF AG | PVP |
| Cyclodextrin Beta W7 | Wacker GmbH | Cyclodextrin |
| Pionier 4636 | Hansen & Rosenthal | Mineral Oil |
| Vaseline | Hansen & Rosenthal | Petrolatum |
| Titandioxid | Les Colorants Wackherr S.A. | |

-17-

Beispiele 1 bis 3:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung einer Haar-Spülung. Es wurde nach folgender

5 Rezeptur verfahren:

| Rohstoff | Beispiel 1 Gew.-% | Beispiel 2 Gew.-% | Beispiel 3 Gew.-% |
|---|----------------------|----------------------|----------------------|
| Wasser | 87,050 | 87,050 | 89,750 |
| Dehyquart A | 3,000 | 3,000 | 3,000 |
| Jaguar C-162 | 0,500 | 0,500 | 0,500 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärke- phosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 2,700 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Tapiokastärke *) | | 2,700 | |
| Lanette 14 | 3,000 | 3,000 | 3,000 |
| Tegop Pearl N 100 | 3,000 | 3,000 | 3,000 |
| Parfüm | 0,400 | 0,400 | 0,400 |
| Citronensäure | 0,050 | 0,050 | 0,050 |
| Benzoessäure | 0,300 | 0,300 | 0,300 |

| | | | |
|------------------------------|------|------|------|
| Spezifikationswerte: | | | |
| pH-Wert | 5,1 | 5,2 | 5,1 |
| Viskosität MV Stufe 1 (mPas) | 5100 | 1350 | 1100 |

*) Farinex VA 70T (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

- 10 Zur Herstellung werden in das auf ca. 55°C erwärmte Wasser Dehyquart A, Benzoe-
säure und die Stärkederivate - Beispiel 3 ohne - eingerührt. Wenn diese Mischung homo-
gen ist, werden Jaguar C-162 und Citronensäure eingerührt. Lanette 14 wird auf 55° C
erhitzt und in den Ansatz eingerührt. Nach Abkühlen unter Rühren bis auf ca. 40°C
werden Tegop Pearl N 100 und das Parfüm dem Ansatz zugesetzt. Nach dem Abkühlen
15 unter Rühren bis auf ca. 25°C resultiert im Beispiel 1 eine mittelviskose perlglänzende
Dispersion. Die Beispiele 2 und 3 waren zu dünnflüssig und damit nicht brauchbar.

-18-

Die Haar-Spülung gemäß Beispiel 1 wurde bei Anwendungsversuchen an normalen und geschädigten Haaren gut beurteilt. Die Beispiele 2 und 3 führten bezüglich der Verteilbarkeit auf dem nassen Haar und der Naßkämmbarkeit zu schlechten Ergebnissen.

- 5 Die Lagertests an Beispiel 1 bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C), +30°C und +40°C zeigten nach 1 Monat ein hinsichtlich der Spezifikationen weitgehend unverändertes Produkt. Die Beispiele 2 und 3 zeigten nach 1 Tag Phasentrennung.

10 Beispiele 4 bis 6:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung eines Shampoos. Es wurde nach folgender Rezeptur verfahren:

| Rohstoff | Beispiel 4 Gew.-% | Beispiel 5 Gew.-% | Beispiel 6 Gew.-% |
|---|----------------------|----------------------|----------------------|
| Wasser | 73,21 | 73,21 | 73,81 |
| Texapon N 70 | 11,00 | 11,00 | 11,00 |
| Plantaren 1200 | 3,50 | 3,50 | 3,50 |
| Natriumbenzoat | 0,40 | 0,40 | 0,40 |
| Kaliumsorbat | 0,20 | 0,20 | 0,20 |
| Citronensäure | 0,49 | 0,49 | 0,49 |
| Tego Betain F | 4,20 | 4,20 | 4,20 |
| Natriumchlorid 22 % Lösung in Wasser | 6,00 | 6,00 | 6,00 |
| D-Panthenol | 0,10 | 0,10 | 0,10 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 0,60 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Kartoffelstärke *) | | 0,60 | |
| Parfüm | 0,30 | 0,30 | 0,30 |

| | | | |
|------------------------------|-------|------|------|
| Spezifikationswerte: | | | |
| pH - Wert | 5,0 | 5,1 | 5,2 |
| Viskosität MV Stufe I (mPas) | 11100 | 7200 | 7000 |

15

*) Farinex VA 70 (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

- 19 -

In das ca. 25°C warme Wasser werden nacheinander Plantaren 1200, Natriumbenzoat, Kaliumsorbat, Citronensäure, Tego Betain F, D-Panthenol und die Stärkederivate - Beispiel 6 ohne - eingerührt. Nachdem die Mischung homogen ist, wird die 22%ige Natriumchlorid-Lösung eingerührt. Unter starkem Rühren wird Texapon N 70 zugegeben.
5 Wenn die Mischung homogen ist, wird das Parfüm eingerührt.

Gemäß Beispiel 4 resultiert ein leicht opaleszierendes viskoses Shampoo. Die Beispiele 5 und 6 sind deutlich niedriger viskos.

10

Bei der Anwendung am Haar zeigt das Shampoo nach Beispiel 4 neben einem feinblasigen Schaum eine gute Naßkämmbarkeit. Die Beispiele 5 und 6 bilden auf dem Haar einen deutlich grobblasigeren Schaum als das Beispiel 4. Ebenso ist die Naßkämmbarkeit schlechter.

15

Die Lagertests des Produktes gemäß Beispiel 4 bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C) und + 30°C zeigten nach 1 Monat ein hinsichtlich der Spezifikationen weitgehend unverändertes Produkt.

20 Beispiel 5 zeigte nach 2 Tagen bei Raumtemperatur Phasentrennung.

Die Viskosität von Beispiel 4 ist tatsächlich höher als der angegebene Wert, weil der Meßbereich des verwendeten Viskosimeters überschritten war.

25

Beispiele 7 und 8:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung eines Schaumbads. Es wurde nach folgender Rezeptur verfahren:

-20-

| Rohstoff | Beispiel 7 Gew.-% | Beispiel 8 Gew.-% | Beispiel 9 Gew.-% |
|---|----------------------|----------------------|----------------------|
| Elfan NS 242 A | 89,38 | 89,38 | 90,08 |
| Glycerin 87 % | 2,72 | 2,72 | 2,72 |
| Tego Betain F 50 | 3,00 | 3,00 | 3,00 |
| Plantaren 1200 | 2,00 | 2,00 | 2,00 |
| Kaliumsorbat | 0,20 | 0,20 | 0,20 |
| Natriumbenzoat | 0,40 | 0,40 | 0,40 |
| Citronensäure | 0,80 | 0,80 | 0,80 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärke- phosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 0,70 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Kartoffelstärke *) | | 0,70 | |
| Parfüm | 0,80 | 0,80 | 0,80 |

| | | | |
|-----------------------------------|-------|------|------|
| Spezifikationswerte: | | | |
| pH-Wert | 5,0 | 5,1 | 4,9 |
| Viskosität MV Stufe I 20°C (mPas) | 14500 | 7500 | 7200 |

*) Farinex VA 70 (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

- 5 In das auf ca. 25°C temperierte Elfan NS 242 A werden nacheinander Plantaren 1200, Natriumbenzoat, Kaliumsorbat, Citronensäure, Tego Betain F 50 und die Stärkederivate - Beispiel 9 ohne - eingerührt. Wenn die Mischung homogen ist, wird das Parfüm unter Rühren zugefügt.
- 10 Gemäß Beispiel 7 resultiert ein leicht opaleszierendes viskoses Schaumbad mit angenehmen Gebrauchseigenschaften. Die Beispiele 8 und 9 ergeben im Badewasser einen grobblasigeren Schaum als Beispiel 7; Beispiel 8 ergibt zusätzlich ein negatives sandiges Hautgefühl.
- 15 Die Lagertests des Produktes gemäß Beispiel 7 bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C) und + 30°C zeigten nach 1 Monat ein hinsichtlich der Spezifikationen weitgehend unverändertes Produkt.

-21-

Das Produkt gemäß Beispiel 8 führt nach 2 Tagen Lagerzeit bei Raumtemperatur zur Phasentrennung.

5 Beispiele 10 bis 15:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung einer O/W-Körperlotion. Es wurde gemäß folgender Rezeptur verfahren:

| Rohstoff | Beispiel 10 Gew.-% | Beispiel 11 Gew.-% | Beispiel 12 Gew.-% | Beispiel 13 Gew.-% |
|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 76,54 | 76,54 | 76,54 | 79,54 |
| Axol C62 | 3,00 | 3,00 | 3,00 | 3,00 |
| D-Panthenol | 0,25 | 0,25 | 0,25 | 0,25 |
| Glycerin 87% | 3,00 | 3,00 | 3,00 | 3,00 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes acetyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 3,00 | | | |
| vorverkleistertes Wachsmaisstärkeacetat, vernetzt mit Adipinsäure-Essigsäure-anhydrid, in Form lose agglomerierter Körner | | 3,00 | | |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Tapiokastärke, granular | | | 3,00 | |
| Nipagin | 0,50 | 0,50 | 0,50 | 0,50 |
| Nipasol | 0,15 | 0,15 | 0,15 | 0,15 |
| raffiniertes Sojaöl | 4,00 | 4,00 | 4,00 | 4,00 |
| raffiniertes Kokosfett | 8,00 | 8,00 | 8,00 | 8,00 |
| Prisorine 3700 | 0,70 | 0,70 | 0,70 | 0,70 |
| Vitamin E Acetat | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 |
| Jojobaöl | 0,50 | 0,50 | 0,50 | 0,50 |
| Parfüm | 0,35 | 0,35 | 0,35 | 0,35 |

| | | | | |
|---------------------------------|------|------|-----|-----|
| Spezifikationswerte: | | | | |
| pH-Wert | 5,3 | 5,2 | 5,2 | 5,3 |
| Viskosität MV nach 1 Tag (mPas) | 1250 | 1150 | 660 | 150 |

- 22 -

| Rohstoff | Beispiel 14 Gew.-% | Beispiel 15 Gew.-% |
|---|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 76,54 | 76,74 |
| Axol C62 | 3,00 | 3,00 |
| D-Panthenol | 0,25 | 0,25 |
| Glycerin 87% | 3,00 | 3,00 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärke- phosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 3,00 | 3,00 |
| Nipagin | 0,50 | 0,50 |
| Nipasol | 0,15 | 0,15 |
| Miglyol 812 | 4,00 | 4,00 |
| Paraffinöl | 8,00 | 8,00 |
| Prisorine 3700 | 0,70 | |
| Tegin 90 | | 0,50 |
| Vitamin E Acetat | 0,01 | 0,01 |
| Jobaöl | 0,50 | |
| Cetiol 868 | | 0,50 |
| Parfüm | 0,35 | 0,35 |

| | | |
|---------------------------------|------|------|
| Spezifikationswerte: | | |
| pH-Wert | 5,1 | 5,5 |
| Viskosität MV nach 1 Tag (mPas) | 1250 | 2500 |

Axol C62, die Stärkederivate - Beispiel 13 ohne - Nipagin, Nipasol werden in 2/3 der Wassermenge bei 75°C unter Rühren erwärmt bis die Mischung homogen ist und dann
 5 D-Panthenol und Glycerin 87%ig dem Ansatz zugefügt. Das Kokosfett, Sojaöl, Prisorine 3700 bzw. Tegin 90 und Vitamin E-Acetat werden auf ca. 60°C erwärmt und unter Rühren der Wasserphase zugegeben. Nachdem diese Mischung homogen ist wird die restliche Menge des auf ca. 20°C temperierten Wassers unter Rühren dem Ansatz zuge-
 10 fügt. Bei ca. 40°C wird das Parfüm unter Rühren zugefügt. Danach wird der Ansatz mit einem Homogenisator homogenisiert und bis ca. 25°C weiter gerührt.

Bei der Anwendung auf der Haut wurde den Emulsionen gemäß der Beispiele 10, 11, 12, 14 und 15 ein hervorragendes Hautgefühl attestiert. Die Emulsion nach dem Beispiel 13 wurde als gehaltlos beurteilt.

- 23 -

Die Lagertests an den Beispielen 10, 11, 12, 14 und 15 bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C), + 30°C und 40°C zeigten nach 3 Monaten ein hinsichtlich der Spezifikationen weitgehend unverändertes Produkt. Die Lotion nach Beispiel 11 zeigte nach längerer Lagerung einen leichten säuerlichen Geruch.

5

Die Emulsion nach dem Beispiel 13 trennte sich bei allen Lagertemperaturen nach spätestens 2 Tagen.

10 Beispiele 16 bis 18:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung einer O/W-Pflegecreme. Es wurde nach folgender Rezeptur verfahren:

| Rohstoff | Beispiel 16 Gew.-% | Beispiel 17 Gew.-% | Beispiel 18 Gew.-% |
|---|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 55,735 | 55,735 | 60,735 |
| Nipagin | 0,350 | 0,350 | 0,350 |
| Nipasol | 0,150 | 0,150 | 0,150 |
| D-Panthenol | 0,200 | 0,200 | 0,200 |
| Vitamin E Acetat | 0,500 | 0,500 | 0,500 |
| Glycerin 87%ig | 5,000 | 5,000 | 5,000 |
| Sucro-Ester WE 15 | 2,000 | 2,000 | 2,000 |
| Axol C 62 | 2,000 | 2,000 | 2,000 |
| Prisorine 3700 | 0,700 | 0,700 | 0,700 |
| Parfüm | 0,100 | 0,100 | 0,100 |
| raffiniertes Kokosfett | 18,000 | 18,000 | 18,000 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 5,000 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Tapiokastärke *) | | 5,000 | |
| raffiniertes Sojaöl | 8,000 | 8,000 | 8,000 |
| Natrium- Hyaluronat | 0,005 | 0,005 | 0,005 |
| Vitamin A-Palmitat | 0,060 | 0,060 | 0,060 |
| Ronoxan A | 0,200 | 0,200 | 0,200 |
| Jojobaöl | 2,000 | 2,000 | 2,000 |

| | | | |
|----------------------|--|--|--|
| Spezifikationswerte: | | | |
|----------------------|--|--|--|

-24-

| | | | |
|------------------------------|------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| pH-wert | 5,1 | 5,5 | 5,3 |
| Viskosität SV Stufe 4 (20°C) | 6640 | zu niedrig viskos, nicht meßbar | zu niedrig viskos, nicht meßbar |

*) Farinex VA 70T (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

Die Stärkederivate, - Beispiel 18 ohne -, werden in Wasser bei 80°C ca. 10 min gerührt und danach Sucro-Ester WE 15 und Axol C 62 dem Ansatz unter Rühren zugeben, dann folgt D-Panthenol, Nipagin, Nipasol und Glycerin. Das Kokosfett, Sojaöl, Prisorine 3700 und Vitamin E Acetat werden separat auf ca. 60°C erwärmt und unter Rühren in die Wasserphase gegeben. Unter Rühren wird bis ca. 40°C abgekühlt und Natrium-Hyaluronat, Vitamin A-Palmitat, Ronoxan A, Jojobaöl und Parfüm unter Rühren zugegeben. Danach wird der Ansatz mit einem Homogenisator homogenisiert und bis ca. 25°C weiter gerührt.

Bei der Anwendung auf der Haut zeigt die Creme gemäß Beispiel 16 hervorragende Pflegeeigenschaften. Die Creme gemäß Beispiel 17 wurde deutlich schlechter beurteilt. Beispiel 18 war kurz nach dem Auftragen auf die Haut inhomogen.

Die Lagertests der Creme gemäß Beispiel 16 bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C), + 30°C und 40°C zeigten nach 3 Monaten ein weitgehend unverändertes Produkt. Die Beispiele 17 und 18 zeigten nach 3 Tagen bei allen Testbedingungen Inhomogenitäten.

Beispiele 19 bis 21:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung einer alkoholhaltigen Lotion mit Deowirkung. Es wurde nach folgender Rezeptur verfahren:

| Rohstoff | Beispiel 19 Gew.-% | Beispiel 20 Gew.-% | Beispiel 21 Gew.-% |
|----------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 60.24 | 60.24 | 62.24 |
| Axol C62 | 3.00 | 3.00 | 3.00 |

-25-

| | | | |
|---|-------|-------|--------|
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 2,00 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Kartoffelstärke *) | | 2,00 | |
| D- Panthenol | 0,40 | 0,40 | 0,400 |
| Triäthylcitrat | 1,00 | 1,00 | 1,00 |
| Farnesol | 0,50 | 0,50 | 0,50 |
| Prisorine 3700 | 0,56 | 0,56 | 0,56 |
| Glycerin 87% | 3,00 | 3,00 | 3,00 |
| Parfüm | 0,80 | 0,80 | 0,80 |
| Aethanol 94.5 Gew %, | 20,00 | 20,00 | 20.000 |
| raffiniertes Sojaöl | 8,50 | 8,50 | 8,50 |

| | | | |
|------------------------------|-----|-----|-----|
| Spezifikationswerte: | | | |
| pH-wert | 5,5 | 5,2 | 5,4 |
| Viskosität SV Stufe 4 (mPas) | 700 | 150 | 120 |

*) Farinex VA 70 (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

Die Stärkederivate - Beispiel 21 ohne- werden in Wasser bei 80°C eingestreut, ca. 10
 5 min gerührt und danach Axol C 62 dem Ansatz unter Rühren zugeben. dann folgt D-
 Panthanol und Glycerin. Das Sojaöl und Prisorine 3700 werden separat auf ca. 60°C
 erwärmt und unter Rühren in die Wasserphase gegeben. Unter Rühren wird bis ca. 40°C
 abgekühlt und Aethanol, Triäthylcitrat, Farnesol und Parfüm unter Rühren zugegeben.
 Danach wird der Ansatz mit einem Homogenisator homogenisiert und bis ca. 25°C
 10 weiter gerührt.

Bei der Anwendung auf der Haut wurde die Lotion gemäß Beispiel 19 hinsichtlich ihrer
 Gebrauchseigenschaften positiv beurteilt. Die Beispiele 20 und 21 wurden als wenig ge-
 haltvoll bzw. wässrig bezeichnet. Beispiel 20 wurde zusätzlich als sandig beurteilt.

15

Die Lagertests am Beispiel 19 bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C),
 +30°C und 40°C zeigten nach 3 Monaten ein weitgehend unverändertes Produkt.

Dagegen zeigten die Beispiele 20 und 21 nach 1 Tag Phasentrennung bei Raumtem-
 20 peratur.

-26-

Beispiele 22 bis 24:

- 5 Diese Beispiele erläutern die Herstellung einer alkoholhaltigen Creme mit Lichtschutzwirkung.

| Rohstoff | Beispiel 22 Gew.-% | Beispiel 23 Gew.-% | Beispiel 24 Gew.-% |
|---|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 47,40 | 47,40 | 49,80 |
| Axol C62 | 3,20 | 3,20 | 3,20 |
| Uvinul MS 40 | 2,00 | 2,00 | 2,00 |
| Parsol MCX | 3,00 | 3,00 | 3,00 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 2,40 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Kartoffelstärke *) | | 2,40 | |
| D- Panthenol | 0,40 | 0,40 | 0,40 |
| Prisorine 3700 | 0,56 | 0,56 | 0,56 |
| Avocadoöl | 0,80 | 0,80 | 0,80 |
| Jojobaöl | 0,80 | 0,80 | 0,80 |
| Glycerin 87% | 3,20 | 3,20 | 3,20 |
| Parfüm | 0,24 | 0,24 | 0,24 |
| Aethanol 94,5 Gew.-% | 20,00 | 20,00 | 20,00 |
| raffiniertes Kokosfett | 16,00 | 16,00 | 16,00 |

| | | | |
|-----------------------------|------|------|-----|
| Spezifikationswerte: | | | |
| pH-wert | 5,4 | 5,3 | 5,4 |
| Viskosität M Stufe 4 (mPas) | 3200 | 1100 | 800 |

*) Farinex VA 70 (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

- 10 Die Stärkederivate - Beispiel 24 ohne - werden in Wasser bei 80°C eingestreut, ca. 10 min gerührt und danach wird Axol C 62 dem Ansatz unter Rühren zugeben, dann folgen Uvinul MS 40, D-Panthanol und Glycerin. Das Kokosfett, Avocadoöl, Jojobaöl, Parsol MCX und Prisorine 3700 werden separat auf ca. 60°C erwärmt und unter Rühren in die Wasserphase gegeben. Unter Rühren wird bis ca. 40°C abgekühlt und Aethanol und

- 27 -

Parfüm unter Rühren zugegeben. Danach wird der Ansatz mit einem Homogenisator homogenisiert und bis ca. 25°C weiter gerührt.

Die Gebrauchseigenschaften des Produktes gemäß Beispiel 22 wurden als gut bezeichnet.

5

Die Lagertests bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C), + 30°C und 40°C zeigten nach 3 Monaten ein weitgehend unverändertes Produkt.

Die Gebrauchseigenschaften der Produkte gemäß Beispiel 23 und 24 wurden als wenig
10 gehaltvoll bezeichnet. Das Beispiel 23 vermittelte zusätzlich noch einen sandigen Eindruck.

Die Produkte gemäß Beispiel 23 und 24 zeigten nach 1 Tag bereits Phasentrennung.

15

Beispiele 25 bis 34:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung einer O/W-Körperlotion. Es wurde gemäß folgender Rezeptur verfahren:

20

| Rohstoff | Beispiel 25 Gew.-% | Beispiel 26 Gew.-% | Beispiel 27 Gew.-% | Beispiel 28 Gew.-% |
|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 76,54 | 76,54 | 76,54 | 76,54 |
| Axol C62 | 3,00 | 3,00 | 3,00 | 3,00 |
| D-Panthenol | 0,25 | 0,25 | 0,25 | 0,25 |
| Glycerin 87% | 3,00 | 3,00 | 3,00 | 3,00 |
| Maisstärke, modifiziert mit Octenylsuccinanhydrid, säurebehandelt | 3,00 | | | |
| vorverkleisterte Maisstärke, trommelgetrocknet | | 3,00 | | |
| vorverkleisterte Maisstärke, granular | | | 3,00 | |
| vorverkleisterte Wachsmaisstärke | | | | 3,00 |
| Nipagin | 0,50 | 0,50 | 0,50 | 0,50 |
| Nipasol | 0,15 | 0,15 | 0,15 | 0,15 |
| raffiniertes Sojaöl | 4,00 | 4,00 | 4,00 | 4,00 |
| raffiniertes Kokosfett | 8,00 | 8,00 | 8,00 | 8,00 |
| Prisorine 3700 | 0,70 | 0,70 | 0,70 | 0,70 |

-28-

| | | | | |
|------------------|------|------|------|------|
| Vitamin E Acetat | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 |
| Jojobaöl | 0,50 | 0,50 | 0,50 | 0,50 |
| Parfüm | 0,35 | 0,35 | 0,35 | 0,35 |

| | | | | |
|----------------------|-----|-----|-----|-----|
| Spezifikationswerte: | | | | |
| pH-wert | 5,6 | 5,5 | 5,7 | 5,6 |
| Viskosität MV (mPas) | 125 | 180 | 200 | 250 |

| Rohstoff | Beispiel 29 Gew.-% | Beispiel 30 Gew.-% | Beispiel 31 Gew.-% | Beispiel 32 Gew.-% |
|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 76,54 | 76,54 | 76,54 | 76,54 |
| Axol C62 | 3,00 | 3,00 | 3,00 | 3,00 |
| D-Panthenol | 0,25 | 0,25 | 0,25 | 0,25 |
| Glycerin 87% | 3,00 | 3,00 | 3,00 | 3,00 |
| dünnkochende hydroxypropylierte Maisstärke | 3,00 | | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke | | 3,00 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat | | | 3,00 | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Maisstärke | | | | 3,00 |
| Nipagin | 0,50 | 0,50 | 0,50 | 0,50 |
| Nipasol | 0,15 | 0,15 | 0,15 | 0,15 |
| raffiniertes Sojaöl | 4,00 | 4,00 | 4,00 | 4,00 |
| raffiniertes Kokosfett | 8,00 | 8,00 | 8,00 | 8,00 |
| Prisorine 3700 | 0,70 | 0,70 | 0,70 | 0,70 |
| Vitamin E Acetat | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 |
| Jojobaöl | 0,50 | 0,50 | 0,50 | 0,50 |
| Parfüm | 0,35 | 0,35 | 0,35 | 0,35 |

| | | | | |
|------------------------------|-----|-----|------|-----|
| Spezifikationswerte: | | | | |
| pH-wert | 5,1 | 5,2 | 5,4 | 5,0 |
| Viskosität MV Stufe 4 (mPas) | | | 1010 | |

-29-

| Rohstoff | Beispiel 33 Gew.-% | Beispiel 34 Gew.-% |
|--|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 76,54 | 76,54 |
| Axol C62 | 3,00 | 3,00 |
| D-Panthenol | 0,25 | 0,25 |
| Glycerin 87% | 3,00 | 3,00 |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Kartoffel- stärke *) | 3,00 | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Tapiokastärke **) | | 3,00 |
| Nipagin | 0,50 | 0,50 |
| Nipasol | 0,15 | 0,15 |
| raffiniertes Sojaöl | 4,00 | 4,00 |
| raffiniertes Kokosfett | 8,00 | 8,00 |
| Prisorine 3700 | 0,70 | 0,70 |
| Vitamin E Acetat | 0,01 | 0,01 |
| Jojobaöl | 0,50 | 0,50 |
| Parfüm | 0,35 | 0,35 |

| | | |
|----------------------|-----|-----|
| Spezifikationswerte: | | |
| pH-wert | 5,6 | 5,6 |
| Viskosität MV (mPas) | 60 | 50 |

*) Farinex VA 70 (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

**) Farinex VA 70T (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

5

Die Herstellung erfolgte wie bei den Beispielen 10 bis 15.

Die Lagerstabilität war bei den Beispielen 25 bis 32 nicht ausreichend, es zeigte sich nach kurzer Zeit deutliche Phasentrennung. Die Ansätze aus den Beispielen 33 und 34 zeigten eine sehr geringe, für diese Produktgattung nicht brauchbare Viskosität. Nach 2 Tagen wurde eine Phasentrennung bei Raumtemperatur festgestellt. Bei Anwendungstests wurde ein sandiges Hautgefühl bemerkt.

10

Beispiele 35 und 36:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung einer O/W-Körpercreme. Es wurde gemäß folgender Rezeptur verfahren:

5

| Rohstoff | Beispiel 35 Gew.-% | Beispiel 36 Gew.-% |
|---|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 65,76 | 66,36 |
| Tego Care 215 | 3,00 | |
| Tego Care 450 | | 3,00 |
| Tegin 90 | 0,60 | |
| D-Panthenol | 0,13 | 0,13 |
| Glycerin 87% | 3,00 | 3,00 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 5,00 | 5,00 |
| Phenonip | 0,90 | 0,90 |
| Vitamin A-Palmitat | 0,06 | 0,06 |
| raffiniertes Sojaöl | 10,00 | 10,00 |
| raffiniertes Kokosfett | 10,00 | 10,00 |
| Prisorine 3700 | 0,70 | 0,70 |
| Vitamin E Acetat | 0,50 | 0,50 |
| Parfüm | 0,35 | 0,35 |

| | | |
|----------------------|------|------|
| Spezifikationswerte: | | |
| pH-wert | 7,0 | 7,2 |
| Viskosität MV (mPas) | 3800 | 4400 |

Vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner wird in der Wassermenge bei 80°C unter Rühren erwärmt bis die Mischung homogen ist, dann werden Phenonip, D-Panthanol und Glycerin 87%ig dem Ansatz zugefügt und die Emulgatoren Tego Care 215 bzw. Tego Care 450 10 eingerührt. Das Kokosfett, Sojaöl, Prisorine 3700, Tegin 90 und Vitamin E Acetat wird auf ca. 60°C erwärmt und unter Rühren der Wasserphase zugefügt. Nachdem diese Mischung homogen ist, wird der Ansatz unter Rühren abgekühlt. Bei ca. 40°C wird das Parfüm und Vitamin A-Palmitat unter Rühren zugefügt. Danach wird der Ansatz mit 15 einem Homogenisator homogenisiert und bis ca. 25°C weiter gerührt.

-31-

Die Gebrauchseigenschaften des Produktes gemäß der Beispiele 35 und 36 wurden als gut bezeichnet.

Die Lagertests bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C), + 30°C und 40°C zeigten nach 3 Monaten ein weitgehend unverändertes Produkt.

Beispiele 37 bis 39:

- 10 Diese Beispiele erläutern die Herstellung eines Rasierschaums. Es wurde gemäß folgender Rezeptur verfahren:

| Rohstoff | Beispiel 37 Gew.-% | Beispiel 38 Gew.-% | Beispiel 39 Gew.-% |
|---|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 73,922 | 73,922 | 74,422 |
| Propan/Butan 3.5 bar | 5,000 | 5,000 | 5,000 |
| Eumulgin B2 | 1,000 | 1,000 | 1,000 |
| Glycerin 87% | 8,730 | 8,730 | 8,730 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 0,500 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Tapiokastärke *) | | 0,500 | |
| Cutina FS 45 | 5,277 | 5,277 | 5,277 |
| Myristinsäure | 1,251 | 1,251 | 1,251 |
| Triäthanolamin min.99% | 3,030 | 3,030 | 3,030 |
| Luviskol K30 | 0,490 | 0,490 | 0,490 |
| Parfüm | 0,800 | 0,800 | 0,800 |

| | | | |
|----------------------|------|-----|-----|
| Spezifikationswerte: | | | |
| pH-wert | 8,5 | 8,5 | 8,5 |
| Viskosität MV (mPas) | 1200 | 430 | 360 |

*) Farinex VA 70T (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

15

Das jeweilige Stärkederivat - Beispiel 39 ohne - wird in der Wassermenge bei 75°C unter Rühren erwärmt bis die Mischung homogen ist und dann Cutina FS 45, Myristinsäure, Eumulgin B2 und Glycerin 87%ig dem Ansatz zugefügt. Nachdem die

- 32 -

Fettkomponenten geschmolzen sind, wird Triäthanolamin unter Rühren dem Ansatz zugefügt. Nach Kühlen bis auf ca. 40°C wird das Parfüm und Luviskol K30 unter Rühren zugefügt. Danach wird der Ansatz mit einem Homogenisator homogenisiert und bis ca. 25°C weiter gerührt. Diese Wirkstofflösung wird in eine Aerosoldose eingefüllt,
 5 das Ventil aufgebracht und mit dem Treibgas Propan/Butan unter Druck aufgefüllt. Danach wird der Sprühkopf auf die Aerosoldose aufgebracht.

Die Gebrauchseigenschaften des Produktes gemäß Beispiel 37 wurden als gut bezeichnet. Die Produkte gemäß der Beispiele 38 und 39 wurden deutlich schlechter beurteilt.

10

Die Lagertests des Produktes 37 bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C), +30°C und 40°C zeigten nach 3 Monaten ein weitgehend unverändertes Produkt. Die Lagertests der Produkte 38 und 39 zeigten unter den gleichen Bedingungen nach 7 Tagen Phasentrennung.

15

Beispiele 40 bis 42:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung einer W/O-Körpercreme. Es wurde gemäß
 20 folgender Rezeptur verfahren:

| Rohstoff | Beispiel 40 Gew.-% | Beispiel 41 Gew.-% | Beispiel 42 Gew.-% |
|---|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 55,93 | 55,93 | 56,68 |
| Protegin | 20,00 | 20,00 | 20,00 |
| Bittersalz | 0,30 | 0,30 | 0,30 |
| Glycerin 87% | 2,00 | 2,00 | 2,00 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 0,75 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Tapiokastärke *) | | 0,75 | |
| Nipagin | 0,15 | 0,15 | 0,15 |
| Nipasol | 0,05 | 0,05 | 0,05 |
| Vitamin E Acetat | 0,10 | 0,10 | 0,10 |
| raffiniertes Kokosfett | 13,00 | 13,00 | 13,00 |

- 33 -

| | | | |
|------------------------------|------|------|------|
| Neo PCL W/O | 5,00 | 5,00 | 5,00 |
| Butylhydroxytoluol | 0,02 | 0,02 | 0,02 |
| Hydroviton Feuchthaltefaktor | 2,00 | 0,50 | 0,50 |
| Parfüm | 0,70 | 0,70 | 0,70 |

| | | | |
|------------------------------|-------|-------|-------|
| Spezifikationswerte: | | | |
| pH-wert | (1) | (1) | (1) |
| Viskosität SV Stufe 4 (mPas) | 21400 | 14300 | 15000 |

(1) = nicht meßbar, da W/O System vorliegt

*) Farinex VA 70T (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

Das jeweilige Stärkederivat - Beispiel 42 ohne - Nipagin, Nipasol und Bittersalz wird in
 5 der Wassermenge bei 80°C unter Rühren erwärmt bis die Mischung homogen ist und
 dann Glycerin 87%ig dem Ansatz zugefügt. Das Kokosfett, Protegin, Neo PCL W/O
 und Butylhydroxytoluol wird auf ca. 75°C erwärmt und unter Rühren der Wasserphase
 zugefügt. Nachdem diese Mischung homogen ist, wird der Ansatz unter Rühren
 abgekühlt. Bei ca. 40°C wird das Parfüm, Hydroviton Feuchthaltefaktor und Vitamin E
 10 Acetat unter Rühren zugefügt. Danach wird der Ansatz mit einem Homogenisator
 homogenisiert und bis ca. 25°C weiter gerührt. Die Gebrauchseigenschaften des
 Produktes gemäß Beispiel 40 wurden als gut bezeichnet.

Die Lagertests bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C), + 30°C und 40°C
 15 zeigten nach 3 Monaten ein weitgehend unverändertes Produkt.

Die Phasenstabilität war bei den Produkten gemäß der Beispiele 41 und 42 nicht aus-
 reichend.

-34-

Beispiele 43 bis 45:

Diese Beispiele erläutern die Herstellung eines Geschirrspülmittels. Es wurde gemäß folgender Rezeptur verfahren:

5

| Rohstoff | Beispiel 43 Gew.-% | Beispiel 44 Gew.-% | Beispiel 45 Gew.-% |
|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Wasser | 20,90 | 20,90 | 23,90 |
| Texapon ALS | 50,00 | 50,00 | 50,00 |
| Plantaren 1200 | 5,00 | 5,00 | 5,00 |
| Rewopol SBFA | 15,00 | 15,00 | 15,00 |
| Äthanol | 5,00 | 5,00 | 5,00 |
| Citronensäure | 0,50 | 0,50 | 0,50 |
| Euxyl K400 | 0,20 | 0,20 | 0,20 |
| D-Panthenol | 0,10 | 0,10 | 0,10 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes, acetyliertes Distärkephosphat von Wachs- maisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 3,00 | | |
| hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Tapiokastärke *) | | 3,00 | |
| Parfüm | 0,30 | 0,30 | 0,30 |

| | | | |
|----------------------|------|------|------|
| Spezifikationswerte: | | | |
| pH - Wert | 5,5 | 5,4 | 5,7 |
| Viskosität MV (mPas) | 4200 | 1400 | 1200 |

*) Farinex VA 70T (Avebe/Stadex, Malmö, Schweden)

In das ca. 25°C warme Wasser werden nacheinander Texapon ALS, Plantaren 1200, Rewopol SBFA, Euxyl K400, Citronensäure und die Stärkederivate - Beispiel 45 ohne -
 10 eingerührt. Nachdem die Mischung homogen ist, wird D-Panthenol, Äthanol und das Parfüm eingerührt.

Gemäß Beispiel 43 resultiert ein leicht opaleszierendes viskoses Geschirrspülmittel. Die Beispiele 44 und 45 sind deutlich niedriger viskos.

15

-35-

Bei der Anwendung erzeugt das Geschirrspülmittel neben einem beständigen Schaum eine gute Reinigungswirkung und ein gutes Hautgefühl. Die Beispiele 44 und 45 bilden einen deutlich grobblasigeren Schaum als das Beispiel 43.

- 5 Die Lagertests des Produktes gemäß Beispiel 43 bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C) und + 30°C zeigten nach 1 Monat ein hinsichtlich der Spezifikationen weitgehend unverändertes Produkt.

Beispiel 44 zeigte nach 2 Tagen bei Raumtemperatur Phasentrennung.

10

Beispiel 46:

Dieses Beispiel erläutert die Herstellung einer Zahncreme. Es wurde gemäß folgender Rezeptur verfahren:

15

| Rohstoff | Beispiel 46 Gew.-% |
|---|-----------------------|
| Wasser | 24,70 |
| Natrium Hydrogencarbonat | 20,00 |
| Sident 12DS | 15,00 |
| Glycerin | 15,00 |
| Sorbit/Sorbitol (70%) | 10,00 |
| Natrium Pyrophosphat | 4,00 |
| Natrium Carbonat | 2,00 |
| Texapon KI296 Pulver | 2,00 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 5,00 |
| Saccharin Na | 0,10 |
| Natrium Fluorid | 0,20 |
| Titandioxid | 1,00 |
| Aroma | 1,00 |

| | |
|----------------------|-------|
| Spezifikationswerte: | |
| pH - Wert | 9,0 |
| Viskosität MV (mPas) | 14500 |

- 36 -

In das ca. 25°C warme Wasser werden nacheinander Natrium Hydrogencarbonat, Natrium Carbonat, Natrium Fluorid, das Stärkederivat, Sident 12DS, Glycerin, Sorbit/Sorbitol (70%), Natrium Pyrophosphat, Texapon K1296, Saccharin Na, Titandioxid und Aroma eingerührt. Nachdem die Mischung homogen ist, wird homogenisiert.

Gemäß Beispiel 46 resultiert eine weiße, hochviskose Zahncreme.

Bei der Anwendung vermittelt die Zahncreme neben einem dichten, beständigen Schaum eine gute Reinigungswirkung und ein angenehmes Mundgefühl.

Die Lagertests des Produktes gemäß Beispiel 46 bei -18°C, +4°C, Raumtemperatur (18°C bis 25°C) und + 30°C zeigten nach 1 Monat ein hinsichtlich der Spezifikationen weitgehend unverändertes Produkt.

Beispiel 47:

Dieses Beispiel erläutert die Herstellung einer emulgatorfreien O/W-Körperlotion. Es wurde gemäß folgender Rezeptur verfahren:

| Rohstoff | Beispiel 47 Gew.-% |
|---|-----------------------|
| Wasser | 77.700 |
| Cyclodextrin Beta W7 | 1.000 |
| Glycerin 87 % | 5.000 |
| vorverkleistertes hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke in Form lose agglomerierter Körner | 5.000 |
| Nipagin | 0.400 |
| Nipasol | 0.100 |
| Pionier 4656 | 5.000 |
| Vaseline | 5.000 |
| Titandioxid | 0.500 |
| Parfüm | 0.300 |

| Spezifikationswerte: | |
|---------------------------------|------|
| pH-Wert | 6.3 |
| Viskosität MV nach 1 Tag (mPas) | 2250 |

-37-

- Das Cyclodextrin, das Stärkederivat, Nipagin, Nipasol und Titandioxid werden in 2/3 der Wassermenge bei 75°C unter Rühren erwärmt, bis die Mischung homogen ist, dann wird das Glycerin zugefügt. Pionier 4656 und Vaseline werden auf ca. 60°C erwärmt und der Wasserphase zugegeben. Anschließend wird die Restmenge Wasser zugefügt.
- 5 Bei 40°C wird das Parfüm zugesetzt und der Ansatz mit einem Homogenisator homogenisiert. Bei der Anwendung wurde der Körperlotion ein hervorragendes Hautgefühl attestiert. Sie war über mindestens 6 Monate stabil.

10 Beispiel 48

Dieses Beispiel erläutert die Herstellung eines verdickten Haarbleichsystems. Es wurde gemäß folgender Rezeptur verfahren:

| Rohstoff | Beispiel 48 g |
|---|------------------|
| Komponente A | |
| Ammoniumpersulfat | 1,50 |
| Calciumhydrogentartrat | 1,50 |
| Natriumcarbonat | 1,50 |
| Natriumlaurylsulfat (Stepanol WA-100) | 0,50 |
| Hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke, vorverkleistert nach dem Verfahren der US 4 280 851 | 0,75 |
| Magnesiumhydroxid | 22,13 |
| Aluminiumhydroxid | 22,12 |
| Komponente B | |
| Wasserstoffperoxid, 50% | 12,00 |
| destilliertes Wasser | 88,00 |

15

- Die Bestandteile von A wurden trocken miteinander vermischt. Die Bestandteile von B wurden miteinander vereinigt. Zum Gebrauch wurden die zwei Komponenten vereint und auf das Haar aufgetragen. Nach dem Vermischen wies das Haarbleichmittel eine Viskosität von 30.219 mPas (Brookfield Heliopath, 10 U/min) auf. Zum Vergleich
- 20 wurde die identische Formulierung, jedoch ohne das Stärkederivat hergestellt. Das Mittel wies nach dem Vermischen eine Viskosität von 531 mPas auf.

Beispiel 49:

Dieses Beispiel untersucht das Verhalten verschiedener Stärkeverdickungsmittel in unterschiedlichen Umgebungen. Die jeweilige Stärke wurde den folgenden wäßrigen Systemen als Dispersion mit 10% Feststoffgehalt auf eine Endkonzentration von 5 Gew.-% zugesetzt:

Bedingung:

- 1) Wasser
 - 2) 2% NH_4OH
 - 3) 2% NH_4OH und 1% polymeres Konditionierungsmittel (Polyquarternium 6)
 - 4) 2% NH_4OH und 1% monomeres Konditionierungsmittel (Cetrimoniumchlorid)
- Die 10%-igen Dispersionen der Kochstärken wurden durch 30 minütiges Kochen unter Rühren hergestellt. Die 10%-igen Dispersionen der vorverkleisterten Stärken wurden durch Einrühren der Stärke in Wasser bei Umgebungstemperatur hergestellt. Die Anfangsviskositäten der Stärkeformulierungen und der zeitliche Viskositätsverlauf wurden aufgezeichnet.

20

| Stärke | Bedingung | Viskosität, mPas, 45°C |
|---|-----------|------------------------|
| Sprühgetrocknete vorverkleisterte quarternisierte vernetzte Wachsmaisstärke | 1 | 7400 |
| | 2 | 2680 |
| | 3 | 3040 |
| | 4 | 2420 |
| Hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke, roh, hoher Substitutionsgrad | 1 | 7892 |
| | 2 | 14092 |
| | 3 | 18092 |
| | 4 | 7832 |
| Trommelgetrocknetes vorverkleistertes Hydroxypropyliertes Distärkephosphat von Wachsmaisstärke, mittlerer Substitutionsgrad | 1 | 3100 |
| | 2 | 5260 |
| | 3 | 7940 |
| | 4 | 1532 |

| | | |
|-------------------------------|---|-------|
| Sprühgetrocknetes vorver- | 1 | 3452 |
| kleistertes Hydroxypropylier- | 2 | 12840 |
| tes Distärkephosphat von | 3 | 14132 |
| Wachsmaisstärke, mittlerer | 4 | 2740 |
| Substitutionsgrad | | |
| mehrfachcarboxylierte Kar- | 1 | 27472 |
| toffelstärke, roh | 2 | 25500 |
| | 3 | 3732 |
| | 4 | 0 |
| Hydroxypropylierte Wachs- | 1 | 600 |
| maisstärke, roh | 2 | 1000 |
| | 3 | 2800 |
| | 4 | 1952 |
| keine | 1 | 0 |
| | 2 | 0 |
| | 3 | 0 |
| | 4 | 0 |

- Mit Ausnahme der mehrfachcarboxylierten Stärke sind die hydroxypropylierten Distärkephosphate die wirksamsten Verdickungsmittel. Die carboxylierte Stärke wirkt nur in Abwesenheit kationischer Verbindungen stärker verdickend. Kationische Verbindungen sind mit dieser Stärke jedoch inkompatibel, da mit dem monomeren Konditionierungsmittel nach einem Tag und mit dem polymeren Konditionierungsmittel nach zwei Tagen eine Ausfällung beobachtet wird. Alle anderen Stärken zeigen mit den kationischen Verbindungen ausreichende Kompatibilität. Ferner erweist sich, daß das Vorverkleistungsverfahren die Gebrauchstauglichkeit der Stärkederivate beeinflusst. So wirkt das trommelgetrocknete hydroxypropylierte Distärkephosphat weniger stark verdickend, als das sprühgetrocknete hydroxypropylierte Distärkephosphat. Das nicht vorverkleisterte hydroxypropylierte Distärkephosphat wirkt wesentlich stärker verdickend als die vergleichbare nicht vorgekleisterte nicht-vernetzte Hydroxypropylstärke. Daher ist für eine optimale Wirksamkeit eine besondere Derivatisierung erforderlich.
- Überraschenderweise wird die verdickende Wirkung der hydroxypropylierte Distärkephosphate durch die Wirkung der Base deutlich verstärkt. Dieser Umstand macht die hydroxypropylierte Distärkephosphate zur Anwendung in Haarbehandlungsmitteln, wie Haarbleichmitteln und Haarfärbemitteln, besonders interessant. Die Viskositäten der vorverkleisterten Stärken und der Kochstärken können nicht ohne weiteres verglichen

werden, weil das Ausmaß der Stärkequellung und des Stärkeabbaus durch Scherkräfte unterschiedlich sind.

In einem weiteren Versuch wurde der Einfluß des Vorverkleisterungsverfahrens, der Agglomeration, der Vernetzung und der Derivatisierung untersucht. Die verdickende Wirkung einer Reihe vorverkleisterter Stärken wurden hierzu verglichen. Die Merkmale der untersuchten Stärken und ihre verdickende Wirkung sind in der nachstehenden Tabelle angegeben.

| <u>Ausgangsstärke</u> | <u>Alkylierungstyp</u> | <u>Vernetzung</u> | <u>Vorverkleisterung</u> | <u>Agglomeration</u> | <u>Bedingung</u> | <u>Viskosität, mPas, 45°C</u> |
|-----------------------|------------------------|-------------------|-----------------------------|----------------------|------------------|-------------------------------|
| Wachsmais- stärke | Hydroxypropyl | ja ¹ | Sprühtrocknung ² | ja | 1 | 4800 |
| | | | | | 2 | 15563 |
| Wachsmais- stärke | Hydroxypropyl | ja ¹ | Sprühtrocknung ² | nein | 1 | 3738 |
| | | | | | 2 | 13038 |
| Wachsmais- stärke | Hydroxypropyl | ja ¹ | Trommeltrock- nung | nein | 1 | 2738 |
| | | | | | 2 | 6188 |
| Wachsmais- stärke | keine | nein | Sprühtrocknung ² | ja | 1 | 300 |
| | | | | | 2 | 500 |
| Wachsmais- stärke | Acetyl | ja ¹ | Sprühtrocknung ² | ja | 1 | 3325 |
| | | | | | 2 | 2563 |

10

¹⁾ Phosphorylierung

²⁾ Nach dem Verfahren der US 4 280 851

Die Ergebnisse zeigen, daß das Vorverkleisterungsverfahren, die Vernetzung und die Derivatisierung einen erheblichen Einfluß auf die Viskosität haben. Die Agglomeration scheint einen geringeren Einfluß auf die verdickende Wirkung zu haben, obgleich sie wegen der schnelleren Auflösung einen Anwendungsvorteil bringt. Das durch Sprühtrocknung vorverkleisterte, agglomerierte hydroxypropylierte Distärkephosphat ist das wirksamste Stärkederivat. Das sprühgetrocknete, jedoch nicht agglomerierte hydroxypropylierte Distärkephosphat ist nur geringfügig weniger wirksam. Eine größere Einbuße an Wirksamkeit ist mit der Vorverkleisterung durch Trommeltrocknung verbunden. Offensichtlich führt die mit diesem Vorverkleisterungsverfahren verbundene zusätzliche Scherung zu einem Abbau der Stärke, der ihre verdickende Wirkung

20

- 41 -

verschlechtert. Die chemischen Modifizierungen sind ebenfalls für den Viskositätsaufbau kritisch. Mit der unmodifizierten sprühgetrockneten Stärke wird praktisch kein Viskositätsaufbau beobachtet. Die acetylierte vorverkleisterte Stärke ist im Vergleich zur hydroxypropylierten vorverkleisterten Stärke deutlich weniger wirksam. Insgesamt
5 zeigen die vorstehenden experimentellen Ergebnisse, daß das wirksamste Stärkeverdickungsmittel das sprühgetrocknete hydroxypropylierte Distärkephosphat aus Wachsmaisstärke ist.

10

* * *

- 42 -

5

Patentansprüche

- 10 1. Mittel zur Reinigung oder Pflege von Haut, Zähnen oder Haar oder zur Reinigung von glatten Oberflächen, das eine wäßrige Phase aufweist, die eine vorverkleisterte vernetzte Stärke, ausgewählt aus einer C₂-C₅-Hydroxyalkylstärke und einer C₂-C₁₈-Acylstärke, enthält.
- 15 2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Stärke (i) ein Hydroxypropyldistärkephosphat und/oder (ii) ein Distärke-C₄-C₁₈-alkan- oder -alkendioat ist.
3. Mittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Stärke einen Amylopektingehalt von mindestens etwa 70% aufweist.
- 20 4. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Stärke durch Sprühtrocknung hergestellt worden ist.
5. Mittel nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die
25 Stärke weitgehend intakte Stärkekörner enthält.
6. Mittel nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Stärkekörner zu losen Aggregaten agglomeriert worden sind.
- 30 7. Mittel nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Stärke
(i) eine gleichmäßig vorverkleisterte, körnige Stärke in Form von eingedellten Kügelchen, wobei mindestens ein Hauptanteil der Stärkekörner ganz und unzerbrochen

- 43 -

ist und die Stärkekörner in Form von lose verbundenen Agglomeraten oder einzelnen Körnern vorliegen,

(ii) eine sprühgetrocknete, nichtkörnige Stärke, die im wesentlichen nichtkristallin, nichtretrogradiert und vollständig vordispersiert ist,

5 oder

(iii) eine Mischung hiervon ist.

8. Mittel nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es etwa 5 bis 98 Gew.-% wäßrige Phase aufweist.

10

9. Mittel nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Phase etwa 0,1 bis 20 Gew.-% Stärke enthält.

10. Mittel nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es 15 mindestens etwa 0,3 Gew.-% grenzflächenaktive Substanzen enthält.

11. Mittel nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die grenzflächenaktiven Substanzen anionische, amphotere, kationische und/oder nichtionische Tenside sind.

20 12. Mittel nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß es sich um ein Shampoo, Duschgel, Schaumbad, eine flüssige Seife, eine Zahncreme, ein Haarnachbehandlungsmittel oder ein Handgeschirrspülmittel handelt.

25 13. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß es die grenzflächenaktive Substanz in einer Menge von etwa 7 bis 25 Gew.-% enthält.

14. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß der pH-Wert zwischen etwa 2,5 und 12 liegt.

30 15. Mittel nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß der pH-Wert zwischen etwa 4 und 9 liegt.

- 44 -

16. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens etwa 1 Gew.-% hydrophobe Phase enthält.
- 5 17. Mittel nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß es etwa 5 bis 25 Gew.-% hydrophobe Phase enthält.
18. Mittel nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, daß die hydrophobe Phase fein dispergiert ist.
- 10 19. Mittel nach einem der Ansprüche 16 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die hydrophobe Phase flüssige oder feste Fettsäuretriglyceride, Kohlenwasserstoffe, Alkylether, Alkylethoxylate, Alkylpropoxylate, Alkylbutoxylate, Fettsäuremono- oder diester, Silicone und/oder langkettige Alkohole enthält.
- 15 20. Mittel nach einem der Ansprüche 16 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlichen Emulgator enthält.
21. Mittel nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator ein Teilester eines mehrwertigen Alkohols, ein Ethoxylat, Propoxylat und/oder Butoxylat ist.
- 20 22. Mittel nach Anspruch 20 oder 21, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator in einer Menge von etwa 0,1 bis 10 Gew.-% vorliegt.
- 25 23. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es in Form eines Gels vorliegt.
24. Mittel nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, daß es einen oder mehrere ein- oder mehrwertige Alkohole enthält.

- 45 -

25. Mittel nach Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, daß es Glycerin und/oder Ethanol enthält.
26. Mittel nach Anspruch 24 oder 25, dadurch gekennzeichnet, daß Alkohol in einer
5 Menge von etwa 5 bis 25 Gew.-% vorliegt.
27. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es sich um ein Haarfärbemittel oder Haarbleichmittel handelt.
- 10 28. Mittel nach Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, daß es ein Oxidationsmittel enthält.
29. Mittel nach einem der Ansprüche 27 oder 28, dadurch gekennzeichnet, daß es als zwei Komponenten vorliegt, wobei die eine Komponente die Stärke und die andere
15 Komponente eine wäßrige Phase enthält.
30. Mittel nach Anspruch 29, dadurch gekennzeichnet, daß die die Stärke enthaltende Komponente pulverförmig ist.
- 20 31. Mittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es Zusatzstoffe in Form von Konservierungsmitteln, Duftstoffen, Aromastoffen, Lichtschutzmitteln, Antioxidantien, Vitaminen, pharmazeutischen Wirkstoffen, Füllstoffen, Sequestermitteln, Färbemitteln, Bräunungsmitteln, zusätzlichen Verdickungsmitteln, anorganischen Salzen, pH-Regulatoren und/oder Perlglanzmitteln enthält.

25

* * *

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 97/03581

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 A61K7/48 A61K7/06 A61K7/16 C11D3/00 C11D3/22

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 A61K C11D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|---|-------------------------------------|
| X | US 4 508 705 A (LEVER BROTHERS) 2 April 1985 see claims 1,3,4,14,16 see column 2, line 52 - column 3, line 54 see column 5, line 18-25 see column 6, line 12-14 see column 6, line 38-66 see examples 1,2,9,12 --- | 1,2, 8-13,20, 21, 23-26,31 |
| X | EP 0 489 424 A (CPC INTERNATIONAL) 10 June 1992 see claims 1,7,9 see page 3, line 37-53 see page 4, line 22-28 see page 4, line 54-58 see page 5, line 4-12 --- | 1-9 |

-/--

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 November 1997

Date of mailing of the international search report

24/11/1997

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 apo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Peeters, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. .ional Application No

PCT/EP 97/03581

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category - | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------------|
| X | WO 89 04842 A (R.L.WHISTLER) 1 June 1989 see claims 1,4-6 see page 4, line 14-29 see page 6, line 6-16 ---- | 1,2,31 |
| X | EP 0 487 000 A (NATIONAL STARCH AND CHEMICAL INVESTMENT HOLDING) 27 May 1992 see claims 1-3,6,7 see page 3, line 15-19 see page 3, line 34-42 see examples 1,5-7 ----- | 1,3,4, 8-12, 16-25,31 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int. Application No

PCT/EP 97/03581

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| US 4508705 A | 02-04-85 | NONE | |
| EP 489424 A | 10-06-92 | US 5126334 A | 30-06-92 |
| | | AT 137506 T | 15-05-96 |
| | | AU 634947 B | 04-03-93 |
| | | AU 8837191 A | 11-06-92 |
| | | CA 2056939 A,C | 06-06-92 |
| | | CN 1063115 A | 29-07-92 |
| | | DE 69119205 D | 05-06-96 |
| | | DE 69119205 T | 14-08-96 |
| | | ES 2086463 T | 01-07-96 |
| | | HK 166196 A | 13-09-96 |
| | | JP 2110722 C | 21-11-96 |
| | | JP 4293902 A | 19-10-92 |
| | | JP 8016122 B | 21-02-96 |
| | | MX 9102354 A | 01-06-92 |
| | | US 5385608 A | 31-01-95 |
| | | US 5346892 A | 13-09-94 |
| WO 8904842 A | 01-06-89 | US 4985082 A | 15-01-91 |
| | | AU 2814689 A | 14-06-89 |
| | | CA 1337635 A | 28-11-95 |
| EP 487000 A | 27-05-92 | AT 126694 T | 15-09-95 |
| | | AU 638615 B | 01-07-93 |
| | | AU 8795691 A | 11-06-92 |
| | | DE 69112350 D | 28-09-95 |
| | | DE 69112350 T | 08-02-96 |
| | | JP 2010072 C | 02-02-96 |
| | | JP 4290809 A | 15-10-92 |
| | | JP 7045376 B | 17-05-95 |
| | | US 5496861 A | 05-03-96 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 97/03581

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 6 A61K7/48 A61K7/06 A61K7/16 C11D3/00 C11D3/22

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 A61K C11D

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|--|--|
| X | <p>US 4 508 705 A (LEVER BROTHERS) 2. April 1985</p> <p>siehe Ansprüche 1,3,4,14,16 siehe Spalte 2, Zeile 52 - Spalte 3, Zeile 54 siehe Spalte 5, Zeile 18-25 siehe Spalte 6, Zeile 12-14 siehe Spalte 6, Zeile 38-66 siehe Beispiele 1,2,9,12</p> <p style="text-align: center;">---</p> <p style="text-align: center;">-/--</p> | <p>1,2, 8-13,20, 21, 23-26,31</p> |

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung bezeugt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindertischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindertischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"Z" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

14. November 1997

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

24/11/1997

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Peeters, J

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 97/03581

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|-----------|---|-----------------------------|
| X | EP 0 489 424 A (CPC INTERNATIONAL) 10.Juni 1992 siehe Ansprüche 1,7,9 siehe Seite 3, Zeile 37-53 siehe Seite 4, Zeile 22-28 siehe Seite 4, Zeile 54-58 siehe Seite 5, Zeile 4-12 --- | 1-9 |
| X | WO 89 04842 A (R.L.WHISTLER) 1.Juni 1989 siehe Ansprüche 1,4-6 siehe Seite 4, Zeile 14-29 siehe Seite 6, Zeile 6-16 --- | 1,2,31 |
| X | EP 0 487 000 A (NATIONAL STARCH AND CHEMICAL INVESTMENT HOLDING) 27.Mai 1992 siehe Ansprüche 1-3,6,7 siehe Seite 3, Zeile 15-19 siehe Seite 3, Zeile 34-42 siehe Beispiele 1,5-7 ----- | 1,3,4, 8-12, 16-25,31 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 97/03581

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| US 4508705 A | 02-04-85 | KEINE | |
| EP 489424 A | 10-06-92 | US 5126334 A | 30-06-92 |
| | | AT 137506 T | 15-05-96 |
| | | AU 634947 B | 04-03-93 |
| | | AU 8837191 A | 11-06-92 |
| | | CA 2056939 A,C | 06-06-92 |
| | | CN 1063115 A | 29-07-92 |
| | | DE 69119205 D | 05-06-96 |
| | | DE 69119205 T | 14-08-96 |
| | | ES 2086463 T | 01-07-96 |
| | | HK 166196 A | 13-09-96 |
| | | JP 2110722 C | 21-11-96 |
| | | JP 4293902 A | 19-10-92 |
| | | JP 8016122 B | 21-02-96 |
| | | MX 9102354 A | 01-06-92 |
| | | US 5385608 A | 31-01-95 |
| | | US 5346892 A | 13-09-94 |
| WO 8904842 A | 01-06-89 | US 4985082 A | 15-01-91 |
| | | AU 2814689 A | 14-06-89 |
| | | CA 1337635 A | 28-11-95 |
| EP 487000 A | 27-05-92 | AT 126694 T | 15-09-95 |
| | | AU 638615 B | 01-07-93 |
| | | AU 8795691 A | 11-06-92 |
| | | DE 69112350 D | 28-09-95 |
| | | DE 69112350 T | 08-02-96 |
| | | JP 2010072 C | 02-02-96 |
| | | JP 4290809 A | 15-10-92 |
| | | JP 7045376 B | 17-05-95 |
| | | US 5496861 A | 05-03-96 |

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.